



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년09월07일

(11) 등록번호 10-2299329

(24) 등록일자 2021년09월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08B 37/00 (2006.01) C08L 5/06 (2006.01)(52) CPC특허분류
C08B 37/0045 (2013.01)
C08B 37/0006 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2019-7026740

(22) 출원일자(국제) 2018년02월14일

심사청구일자 2021년02월15일

(85) 번역문제출일자 2019년09월10일

(65) 공개번호 10-2019-0115075

(43) 공개일자 2019년10월10일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2018/053722

(87) 국제공개번호 WO 2018/149893

국제공개일자 2018년08월23일

(30) 우선권주장

62/459,136 2017년02월15일 미국(US)

(뒷면에 계속)

(56) 선행기술조사문헌

W02001038400 A2

GB2311024 A

António G.Sousa et al., 'The impact of rhamnogalacturonan-I side chain monosaccharides on the rheological properties of citrus pectin', Food Hydrocolloids, Volume 47, May 2015, Pages 130-139

(73) 특허권자

씨피 켈코 에이피에스

덴마크 릴리 스켄스베트 디케이-4623 베트 바넨 16

(72) 발명자

슈타운슈트루프, 안 아에

덴마크 2720 반뢰세 로샤게베즈 4

트루트쇠, 옌스 에스킬

덴마크 4000 로스킬데 콩 발데마르스 베즈 32

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

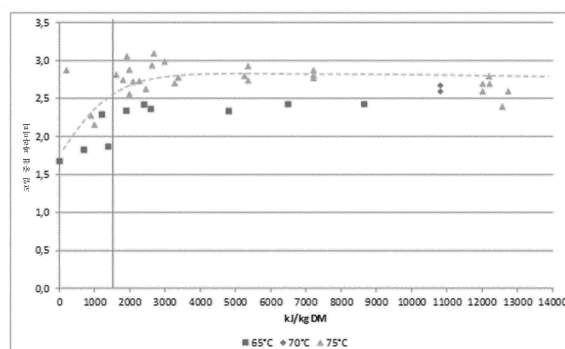
특허법인 남앤남

전체 청구항 수 : 총 26 항

심사관 : 윤미란

(54) 발명의 명칭 **활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물, 제품, 및 생성 방법****(57) 요약**

활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 생성하기 위한 방법이 제공된다. 상기 방법은 (A) 불용성 섬유 성분 및 불용성 프로토펙틴 성분을 포함하는 시작 펙틴-함유 바이오매스 물질과 알코올의 수용액을 혼합하여 혼합물을 형성시키고; (B) 상기 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 (i) 상기 혼합물의 pH를 0.5 또는 약 0.5 내지 2.5 또는 약 (뒷면에 계속)

대표도

2.5의 범위 내로 조정하기 위해 혼합물에 산을 첨가하여 형성된 활성화 용액으로 처리하고, (ii) 40℃ 또는 약 40℃ 초과 온도에서 가열하여 불용성 섬유 성분 및 가용성 펙틴 성분을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시키기 위해 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 활성화시키고; (C) (i) 단계 A)의 혼합물에, (ii) 단계 B)의 활성화 동안, 또는 (iii) 단계 A)의 혼합물에 및 단계 B)의 활성화 동안 기계적 에너지를 적용하고; (D) 상기 혼합물로부터 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질을 분리시키는 것을 포함하며, 상기 방법 동안, 상기 혼합물에 존재하는 알콜은 혼합물의 전체 중량을 기준으로 약 40 중량%이거나 약 40 중량%를 초과한다. 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 또한 제공된다.

(52) CPC특허분류

C08L 5/06 (2013.01)

(72) 발명자

히스콧, 도날드 에프.

미국 63117 미주리 세인트 루이스 벨뷰 애비뉴
1219

클리트, 카르스텐

덴마크 4660 스토레 헤딩에 문케하펜 24

페데르센, 토미 에위

덴마크 4000 로스킬데 브레데캐레트 8

(30) 우선권주장

62/617,860 2018년01월16일 미국(US)

15/892,639 2018년02월09일 미국(US)

명세서

청구범위

청구항 1

셀룰로스 물질을 포함하는 불용성 섬유 성분; 및

수용성인 펙틴을 포함하는 가용성 펙틴 성분을 포함하는, 감귤류 과일로부터 획득되는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물로서,

활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2 이상의 펙틴의 코일 중첩 파라미터를 갖는, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 불용성 섬유 성분 및 가용성 펙틴 성분이 수용성인 펙틴에 액체가 접근하는 것을 가능하게 하는 개방 구조를 형성하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 조성물이 80 중량% 내지 55 중량%의 불용성 섬유 성분 및 20 중량% 내지 45 중량%의 가용성 펙틴 성분을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서, 가용성 펙틴 성분의 에스테르화 정도가 60% 이상인 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서, 펙틴의 코일 중첩 파라미터가 2.3 이상인 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

청구항 6

제1항에 있어서, 펙틴의 코일 중첩 파라미터가 2.5 이상인 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

청구항 7

제1항에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 브룩필드 점도계를 이용하여 25℃의 온도 및 pH 4.0에서 수용액에서 측정시 150 mPa·s 내지 3500 mPa·s의 겔보기 점도, 14 g/g 내지 27 g/g의 물 결합 능력, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 20 중량% 내지 45 중량%의 양으로 존재하는 가용성 펙틴 성분, 및 2.5 내지 5.5의 pH의 그룹 중 하나 이상의 특성을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

청구항 8

셀룰로스 물질을 포함하는 불용성 섬유 성분; 및

수용성인 펙틴을 포함하는 가용성 펙틴 성분을 포함하는, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물로서,

활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 (i) 사과, 아티초크 또는 비트로부터 선택되는 바이오매스 물질로부터 획득되고, (ii) 0.5 내지 2.0의 범위 내의 펙틴의 코일 중첩 파라미터를 갖고, (iii) 바이오매스 물질의 펙틴의 코일 중첩 파라미터의 것보다 적어도 300% 더 큰 펙틴의 코일 중첩 파라미터를 갖는, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 식품 성분인 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

청구항 10

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 펙틴을 추출하기 위한 시작 물질로서 사용되는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

청구항 11

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 따른 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 포함하는 제품.

청구항 12

활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 생성하기 위한 방법으로서,

A) 불용성 섬유 성분 및 불용성 프로토펙틴 성분을 포함하는 바이오매스 물질과 알코올 수용액을 혼합하여 혼합물을 형성시키는 단계;

B) 상기 바이오매스 물질을 (i) 상기 혼합물의 pH를 0.5 내지 2.5의 범위 내로 조정하기 위해 혼합물에 산을 첨가함으로써 형성된 활성화 용액으로 처리하고, (ii) 40℃ 이상의 온도로 가열함으로써, 상기 바이오매스 물질을 활성화시켜 불용성 섬유 성분 및 가용성 펙틴 성분을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시키는 단계;

C) (i) 단계 A)의 혼합물에, (ii) 단계 B)의 활성화 동안, 또는 (iii) 단계 A)의 혼합물에 및 단계 B)의 활성화 동안 기계적 에너지를 적용하는 단계; 및

D) 상기 혼합물로부터 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 분리시키는 단계를 포함하며;

상기 방법 동안, 상기 혼합물에 존재하는 알코올이 혼합물의 전체 중량을 기준으로 40 중량% 이상인, 방법.

청구항 13

제12항에 있어서, 단계 C)에서 기계적 에너지를 적용하는 것이 혼합물 내의 바이오매스 물질을 이의 섬유성 구조로 환원시키는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 14

제12항에 있어서, a) 가용성 펙틴 성분 중 실질적으로 어느 것도 바이오매스 물질로부터 추출되지 않거나; 또는

b) 단계 C)에서의 기계적 에너지 적용이 펌프, 판 리파이너, 디스크 리파이너, 압출기, 로브 펌프, 및 원심분리 펌프의 그룹 중 적어도 하나에 의해 이루어지는 방법.

청구항 15

제12항에 있어서, a) 기계적 에너지가 바이오매스 물질의 건조 물질 킬로그램 당 800 킬로줄 이상 또는 혼합물의 킬로그램 당 36 킬로줄 이상이거나; 또는

b) 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2.0 이상의 펙틴의 코일 중첩 파라미터(coil overlap parameter)를 갖는 방법.

청구항 16

제12항에 있어서, 가열이 15분 내지 60분의 범위 내의 기간 동안 60℃ 내지 80℃의 온도 범위 내에서 이루어지는 방법.

청구항 17

제12항에 있어서, 단계 D)가 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 pH를 3.5 내지 4.5의 범위로 조정하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 18

제12항에 있어서, 기계적 에너지가 바이오매스 물질의 건조 물질 킬로그램 당 1200 킬로줄 이상 또는 혼합물의 킬로그램 당 40 킬로줄 이상인 방법.

청구항 19

제18항에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2.3 이상의 펙틴의 코일 중첩 파라미터를 갖는 방법.

청구항 20

제12항에 있어서, 기계적 에너지가 바이오매스 물질의 건조 물질 킬로그램 당 1900 킬로줄 이상 또는 혼합물의 킬로그램 당 60 킬로줄 이상인 방법.

청구항 21

제20항에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2.5 이상의 펙틴의 코일 중첩 파라미터를 갖는 방법.

청구항 22

제12항에 있어서, 분리된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 건조시키거나, 제분화시키거나, 건조 및 제분화시키는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 23

제12항에 있어서, 단계 A)의 바이오매스 물질이 감귤류 과일로부터 획득되는 방법.

청구항 24

제23항에 있어서, 바이오매스 물질이 알콜 세척된 감귤류 껍질인 방법.

청구항 25

제23항 또는 제24항에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2 이상의 펙틴의 코일 중첩 파라미터 및 60% 이상의 가용성 펙틴 성분의 에스테르화 정도 둘 모두를 포함하는 방법.

청구항 26

제23항 또는 제24항에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 브룩필드 점도계를 이용하여 25℃의 온도 및 pH 4.0에서 수용액에서 측정시 150 mPa·s 내지 3500 mPa·s의 겔보기 점도, 14 g/g 내지 27 g/g의 물 결합 능력, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 20 중량% 내지 45 중량%의 양으로 존재하는 가용성 펙틴 성분, 및 2.5 내지 5.5의 pH의 그룹 중 하나 이상의 특성을 포함하는 방법.

청구항 27

삭제

청구항 28

삭제

발명의 설명

기술 분야

배경 기술

[0001] 식이 섬유 또는 불소화식품은 식물로부터 유래된 음식의 소화할 수 없는 부분이다. 섬유가 높은 음식의 소비는 식욕을 감소시키는 것으로 밝혀졌다. 식이 섬유는 가용성 및 불용성 섬유로 구성된다. 물에 용해되는 가용성 섬유는 결장에서 가스 및 생리적으로 활성인 부산물로 용이하게 발효되며, 프리바이오틱(prebiotic) 및 점성이 될 수 있다. 물에 용해되지 않는 불용성 섬유는 대사적으로 불활성이며, 벌크를 제공하거나, 프리바이오틱이 되거나 대장에서 대사적으로 발효될 수 있다.

[0002] 식이 섬유는 위장관 내용물의 성질을 변화시키고, 다른 영양소 및 화학물질이 흡수되는 방식을 변화시킴으로써

작용할 수 있다. 일부 유형의 가용성 섬유는 물을 흡수하여 소화관 내의 박테리아에 의해 발효되는 젤라틴성의 점성 물질이 된다. 일부 유형의 불용성 섬유는 벌크 작용을 하며, 발효되지 않는다. 주요 식이 불용성 섬유원인 리그닌은 가용성 섬유의 비율 및 대사를 변경시킬 수 있다. 다른 유형의 불용성 섬유, 특히 저항성 전분은 완전히 발효된다.

- [0003] 화학적으로, 식이 섬유는 비-전분 다당류, 예를 들어, 아라비녹실란, 셀룰로스 및 많은 다른 식물 성분, 예를 들어, 저항성 전분, 저항성 텍스트린, 이눌린, 리그닌, 왁스, 키틴, 펙틴, 베타-글루칸, 및 올리고다당류로 구성된다. 식이에 포함될 수 있는 분리된 섬유원으로서 기능성 섬유를 포함시키기 위해 미국 농무부에 의해 새로운 입장이 채택되었다. 용어 "섬유"는 많은 유형의 소위 식이 섬유가 실제로 섬유질이 아니므로 잘못된 명칭이다.
- [0004] 식이 섬유의 식품 공급원은 종종 이들이 주로 가용성 또는 불용성 섬유를 제공하는지에 따라 나뉜다. 식물 식품은 식물의 특징에 따라 다양한 정도로 둘 모두의 유형의 섬유를 함유한다.
- [0005] 섬유 소비의 장점은 가용성 섬유의 발효 동안의 건강에 좋은 화합물의 생성, 및 벌크를 증가시키고, 대변을 연화시키고, 장관을 통한 통과 시간을 단축시키는 불용성 섬유의 능력(이의 수동 흡습 특성을 포함)이다.
- [0006] 종종 식이 섬유 조성물은 점성화, 수분 흡수, 벌크화, 유화 및 심지어 젤화 특성을 포함하는 이들의 기능적 특성을 위해 식품 또는 소비자 제품 산업에서 사용된다. 기능성 식이 섬유의 첨가는 조직상 이점, 영양학적 이점, 및 일부 경우에 덜 소비자 친화적인 옵션을 대체하는 보다 단순한 라벨을 제공할 수 있다.
- [0007] 일부 식물은 가용성 섬유 성분으로서 펙틴을 함유한다. 펙틴은 식품, 음료, 개인 관리 제품, 약품 및 세제와 같은 많은 적용 분야에서 콜로이드로서 유용한 다당류이다. 전형적으로, 펙틴은 추출에 의해 펙틴 함유 바이오매스(biomass) 물질로부터 이의 수용성 형태로 상업적으로 회수된다.
- [0008] 불행하게도, 펙틴 추출 공정은 종종 가혹하여 고유 점도로서 측정되는 펙틴의 품질의 저하를 발생시킨다. 높은 고유 점도가 추출된 펙틴이 원재료에서의 본래의 상태에 더 가깝고, 이에 따라 추출 공정 동안 분해되지 않음을 나타내기 때문에 보다 높은 고유 점도를 갖는 펙틴이 종종 바람직하다. 비용 최적화 관점에서, 추출 공정은 식물에서 이용 가능한 펙틴의 가장 큰 양을 추출하도록 설계되어야 하나, 펙틴 수율은 펙틴 품질과의 교환으로 종종 제한된다. 또한, 식물의 가공은 물과 결합하는 펙틴의 경향으로 인해 또한 어려움을 겪는다.
- [0009] 따라서, 용이하게 처리될 수 있고, 고품질 특성을 갖는 가용성 및 불용성 섬유 성분 둘 모두를 보유할 수 있는 펙틴 함유 식물로부터의 식이 섬유를 제공할 필요가 남아 있다.

발명의 내용

- [0010] 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 생성시키기 위한 방법, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물, 및 상기 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 포함하는 제품을 제공하는 것이 본 발명의 개시의 목적이다. 이는 독립항에 의해 정의된 특징에 의해 달성될 수 있다. 추가 향상은 종속항에 의해 특징지워진다. 이제 놀랍게도, 불용성 프로토펙틴 및 불용성 섬유를 포함하는 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질(예를 들어, 감귤류 껍질로부터의 셀룰로스 섬유)이 특정 조건하에서 알콜 및 산을 포함하는 활성화된 용액으로 처리되고, 비-충류하에서 특정량의 기계적 에너지에 노출되어 불용성 프로토펙틴을 가용성 펙틴으로 원 위치에서 변형시키고, 셀룰로스 섬유의 일부를 원섬유로 부분적으로 원섬유화시킬 수 있음을 발견하였다. 그 결과는 상호작용하는 가용성 펙틴 성분 및 불용성 섬유 성분을 함유하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 개방 네트워크를 형성하여 증가된 겔보기 점도 및 물 결합 특징 및 높은 비율의 가용성 펙틴 대 불용성 섬유를 갖는 최종 조성물을 제공하는 것이다. 또한, 이러한 처리를 통하는 가용성 펙틴 성분은 물, 즉, 냉수에 용해되고, 열을 가하지 않고 추출될 수 있어서, 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 펙틴을 추출하는 전통적인 방법과 관련된 단점의 일부를 극복할 수 있다.
- [0011] 감귤류 껍질이 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이고, 생성된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2 이상 또는 약 2 이상의 코일 중첩 파라미터(coil overlap parameter)를 갖는 방법과 같은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 생성시키기 위한 방법이 제공된다. 상기 방법은 (A) 불용성 섬유 성분 및 불용성 프로토펙틴 성분을 포함하는 시작 펙틴-함유 바이오매스 물질과 알콜의 수용액을 혼합하여 혼합물을 형성시키고; (B) 상기 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 (i) 상기 혼합물의 pH를 0.5 또는 약 0.5 내지 2.5 또는 약 2.5의 범위 내로 조정하기 위해 혼합물에 산을 첨가하여 형성된 활성화 용액으로 처리하고, (ii) 40℃ 또는 약 40℃ 초과 온도에서 가열하여 불용성 섬유 성분 및 가용성 펙틴 성분을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시

키기 위해 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 활성화시키고; (C) (i) 단계 A)의 혼합물에, (ii) 단계 B)의 활성화 동안, 또는 (iii) 단계 A)의 혼합물 및 단계 B)의 활성화 동안 기계적 에너지를 적용하고; (D) 상기 혼합물로부터 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질을 분리시키는 것을 포함하며, 상기 방법 동안, 상기 혼합물에 존재하는 알콜은 혼합물의 전체 중량을 기준으로 약 40 중량%이거나 약 40 중량%를 초과한다.

[0012] 셀룰로스 물질의 불용성 섬유 성분 및 가용성 펙틴 성분을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 또한 제공된다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로서 감귤류 과일로부터 생성되는 경우, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 2 이상 또는 약 2 이상의 코일 중첩 파라미터를 갖는다.

도면의 간단한 설명

[0013] 첨부된 도면은 본 발명의 개시의 현재 예시적인 구현예를 예시하고, 예를 들어, 본 발명의 개시의 원리를 설명하기 위해 제공된다.

도 1은 본 발명의 개시의 예시적 구현예에 따른 에너지 표 1로부터 플로팅된 데이터를 갖는 그래프의 개략도이다.

도 2는 본 발명의 개시의 예시적 구현예에 따른 에너지 표 2로부터 플로팅된 데이터를 갖는 그래프의 개략도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0014] 본원에 기재된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 불용성 섬유 성분 및 가용성 펙틴 성분을 포함한다. 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 (i) 활성화 용액과 조합되고, 활성화를 위해 40℃ 또는 약 40℃ 초과로 가열되고, (ii) 활성화 전, 활성화 동안 또는 둘 모두의 경우에 기계적 에너지가 적용되는 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 유래되며, 상기 방법 전체에 걸쳐, 알콜은 혼합물의 전체 백분율을 기준으로 약 40 중량% 또는 약 40 중량% 초과로 혼합물에 존재한다. 이는 활성화 및 기계적 에너지에 적용되지 않고 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 유래되는 펙틴 함유 바이오매스 조성물에 비해 개선된 가공 및 기능성을 발생시킨다.

[0015] 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질에서 많은 펙틴은 기능성이 되기 위해 가수분해되어야 하는 프로토펙틴(즉, 이용 가능하지 않은 매우 높은 정도의 에스테르화(DE)를 갖는 불용성 펙틴)의 형태이다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질과 알콜 및 산을 함유하는 활성화 용액을 혼합하고, 가열(즉, 활성시키거나 활성화)함으로써, 프로토펙틴은 생성되는 펙틴을 분해하거나 추출하지 않고 가수분해될 수 있고, 따라서 통상적인 방법을 이용하여 달리 이용 가능한 것보다 유의하게 더 가용성인 펙틴을 갖는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 생성시킨다. 또한, 활성화 용액과의 접촉 전 또는 동안, 또는 둘 모두의 경우에 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질에 기계적 에너지를 적용하는 것은 유리하게는 더 많은 양의 프로토펙틴이 가수분해될 수 있게 하고, 따라서 더 많은 양의 수용성 펙틴의 형성을 발생시키는 것으로 밝혀졌다. 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 개선된 기능성, 예를 들어, 더 높은 고유 점도 및 더 높은 펙틴 수율을 갖는 가용성 펙틴 성분, 및 개선된 기능성, 예를 들어, 더 높은 물 결합 능력(water binding capacity)을 갖는 불용성 섬유 성분을 포함한다.

[0016] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물

[0017] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 특성은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물 내의 펙틴의 품질 및 양을 평가하는 수단인 조성물의 코일 중첩 파라미터에 의해 특징규명될 수 있다. 즉, 코일 중첩 파라미터는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 기능성을 나타내기 위해 사용될 수 있다. 본원에서 사용되는 코일 중첩 파라미터는 하기 식에 의해 결정된다:

[0018] 코일 중첩 파라미터 = $IV_{\text{펙틴}} \times \text{펙틴 회수}$,

[0019] 상기 식에서, $IV_{\text{펙틴}}$ 은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물로부터 추출된 펙틴의 고유 점도이고, 펙틴 회수는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 전체량에 의해 나누어진 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물로부터 추출된 펙틴의 양이다. 따라서, 코일 중첩 파라미터의 단위는 dl/g이다. 펙틴 각각의 고유 점도 및 펙틴 회수는 임의의 적합한 방법, 예를 들어, 본원에 기재된 바와 같은 방법을 이용하여 측정될 수 있다.

[0020] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 특히 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로서 감귤류 과일을 이용하는 경우 2 이상 또는 약 2 이상의 코일 중첩 파라미터를 가질 수 있다. 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 2 또는 약 2 내지 4.5 또는 약 4.5의 코일 중첩 파라미터를 가질 수 있다. 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물

은 2.5 또는 약 2.5 내지 4.5 또는 약 4.5의 코일 중첩 파라미터를 가질 수 있다. 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 3.5 또는 약 3.5 내지 4.5 또는 약 4.5의 코일 중첩 파라미터를 가질 수 있다. 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 4.0 또는 약 4.0 내지 4.5 또는 약 4.5의 코일 중첩 파라미터를 가질 수 있다. 또한, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 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 또는 4.7의 코일 중첩 파라미터를 가질 수 있다. 본 발명의 개시의 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 이들 언급된 코일 중첩 파라미터 값 중 임의의 값 사이의 코일 중첩 파라미터 값을 가질 수 있다.

[0021] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 사과, 예루살렘 아티초크(Jerusalem artichoke) 또는 비트와 같은 다른 펙틴 함유 물질로부터 유래되는 경우, 코일 중첩 파라미터는 가용성 펙틴으로의 전환에 이용 가능한 천연 프로토펙틴의 양에 따라 가변적이다. 사과, 예루살렘 아티초크 또는 비트로부터 선택되는 시작 펙틴 바이오매스 물질을 이용하는 경우 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 0.5 또는 약 0.5 내지 2.0 또는 약 2.0의 범위 내의 코일 중첩 파라미터를 가질 수 있다. 또한, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 코일 중첩 파라미터의 것보다 적어도 약 300% 더 클 수 있다.

[0022] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 특히 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로서 감귤류 과일을 이용하는 경우 본원의 프로토콜 2에 개시된 바와 같이 브룩필드 점도계를 이용하여 25℃의 온도 및 pH 4.0에서 수용액에서 측정시 150 mPa·s 또는 약 150 mPa·s 내지 3500 mPa·s 또는 약 3500 mPa·s의 겔보기 점도를 가질 수 있다. 겔보기 점도는 250 mPa·s 또는 약 250 mPa·s 내지 3100 mPa·s 또는 약 3100 mPa·s, 350 mPa·s 또는 약 350 mPa·s 내지 3100 mPa·s 또는 약 3100 mPa·s, 500 mPa·s 또는 약 500 mPa·s 내지 3100 mPa·s 또는 약 3100 mPa·s, 600 mPa·s 또는 약 600 mPa·s 내지 3100 mPa·s 또는 약 3100 mPa·s, 800 mPa·s 또는 약 800 mPa·s 내지 3100 mPa·s 또는 약 3100 mPa·s, 1000 mPa·s 또는 약 1000 mPa·s 내지 3100 mPa·s 또는 약 3100 mPa·s, 1200 mPa·s 또는 약 1200 mPa·s 내지 3100 mPa·s 또는 약 3100 mPa·s, 1500 mPa·s 또는 약 1500 mPa·s 내지 3100 mPa·s 또는 약 3100 mPa·s, 2000 mPa·s 또는 약 2000 mPa·s 내지 3100 mPa·s 또는 약 3100 mPa·s, 및 2500 mPa·s 또는 약 2500 mPa·s 내지 3100 mPa·s 또는 약 3100 mPa·s일 수 있다. 본 발명의 개시의 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 또한 이들 언급된 점도 값 중 임의의 값 사이의 겔보기 점도를 가질 수 있다.

[0023] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 14 g/g 또는 약 14 g/g 내지 27 g/g 또는 약 27 g/g의 물 결합 능력을 가질 수 있다. 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 18 g/g 또는 약 18 g/g 내지 27 g/g 또는 약 27 g/g의 물 결합 능력을 가질 수 있다. 활성화된 펙틴 함유 조성물의 물 결합 능력은 20 g/g 또는 약 20 g/g 내지 27 g/g 또는 약 27 g/g일 수 있다.

[0024] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 적어도 2.5 또는 적어도 약 2.5의 pH를 가질 수 있다. 예를 들어, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 2.5 또는 약 2.5 내지 5.5 또는 약 5.5, 2.6 또는 약 2.6 내지 5.0 또는 약 5.0, 2.7 또는 약 2.7 내지 4.5 또는 약 4.5, 또는 3.5 또는 약 3.5 내지 4.5 또는 약 4.5의 pH를 가질 수 있다.

[0025] 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 활성화시켜 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 되도록 함으로써, 프로토펙틴은 원 위치에서 펙틴의 용이하게 가용성인 형태로 전환될 수 있다. 하기 기재되는 방법은 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질에 존재하는 천연 펙틴 물질을 제거하지 않는다. 일부 변형에서, 활성화 단계 동안 혼합물의 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 펙틴이 실질적으로 추출되지 않는다. 본원에서 사용되는 "펙틴이 실질적으로 추출되지 않음"은 활성화 단계 동안 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질에서 펙틴의 1% 미만이 제거됨을 의미한다. 임의의 이론으로 제한하고자 하는 것은 아니지만, 활성화 단계 동안 알콜의 사용이 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 펙틴이 침출되는 것을 방지하여 더 많은 양의 펙틴이 회수되는 것을 가능하게 하고, 즉, 펙틴 수율을 개선시키는 것으로 생각된다. 이는 매우 기능적일 뿐만 아니라 천연에 더 가까운 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 발생시켜, 최소로 가공된 제품을 발생시킨다.

[0026] 펙틴 성분은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 20 중량% 또는 약 20 중량% 내지 45 중량% 또는 약 45 중량%의 양으로 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물에 존재할 수 있다. 펙틴 성분은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 약 30 중량% 내지 약 45 중량%의 양으로 존재할 수 있다. 펙틴은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 40 중량% 또는 약 40 중량% 내지 45 중량% 또는 약 45 중량%의 양으로 존재할 수 있다. 펙틴 성분은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 약 20 중량%, 약 25 중량%, 약 30 중량%, 약 35 중량%, 약 40 중량%, 또는 약 45 중량%의 양으로 존재할 수 있다. 또한, 펙틴 성분은 이들 언급된 값 중 임의의 값 사이의 범위의

양으로 본 발명의 개시의 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물에 또한 존재할 수 있다.

[0027] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 프로토콜 4에서 측정된 바와 같이 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 약 30 중량% 미만의 잔여 당 함량을 갖는다. 하기에 추가로 기재되는 바와 같이 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 이용하는 것은 당을 세척하고, 따라서 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질 내의 펙틴 성분의 양 및 품질을 개선시킨다. 잔여 당 함량은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 약 3 중량% 내지 약 30 중량%일 수 있다. 잔여 당 함량은 약 3%, 약 4%, 약 5%, 약 6%, 약 7%, 약 8%, 약 9%, 약 10%, 약 11%, 약 12%, 약 13%, 약 14%, 약 15%, 약 16%, 약 17%, 약 18%, 약 19%, 약 20%, 약 21%, 약 21%, 약 22%, 약 23%, 약 24%, 약 25%, 약 26%, 약 27%, 약 28%, 약 29%, 또는 약 30%일 수 있다. 또한, 본 발명의 개시의 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 또한 이들 언급된 잔여 당 함량 값 중 임의의 값 사이의 잔여 당 함량 값을 가질 수 있다.

[0028] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 건조 미립자 형태로 건조될 수 있다. 이러한 건조 미립자 형태는 제분화될 수 있으며, 이는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 취급, 예를 들어, 식품에 첨가하기에 적합한 분말 형태로 전환시킨다.

[0029] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 건조되지 않을 수 있으나, 물질이 활성화된 혼합물에 용해되지 않은 상태로 존재할 수 있다. 이러한 것은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물 내의 펙틴이 추출되는 경우에 전형적으로 이용되나, 항상 이용되는 것은 아니다. 상기 추출은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물로부터 알콜 및 더 많거나 더 적은 물을 분리시킴으로써 이루어질 수 있다. 분리된 알콜은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 이후의 생산에 재사용될 수 있다. 대안적으로, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물로부터 알콜 및 더 많거나 더 적은 물을 분리시키지 않고 추출될 수 있다.

[0030] 방법

[0031] 하나 이상의 예시적 구현예에서, 방법은 상기 기재된 바와 같은 다양한 특징을 갖는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 생성시킨다. 상기 방법의 하나의 기술적 효과는 생성된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 섬유질 개방 네트워크 구조를 갖는 불용성 섬유 성분 및 고품질 및 고품량의 원 위치 펙틴 성분을 갖는다는 점이다. 상기 방법은 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 생성시킨다. 상기 방법은 A) 불용성 섬유 성분 및 불용성 프로토펙틴 성분을 포함하는 시작 펙틴-함유 바이오매스 물질과 알콜의 수용액을 혼합하여 혼합물을 형성시키는 단계; B) 상기 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 (i) 상기 혼합물의 pH를 0.5 또는 약 0.5 내지 2.5 또는 약 2.5의 범위 내로 조정하기 위해 혼합물에 산을 첨가하여 형성된 활성화 용액으로 처리하고, (ii) 40°C 또는 약 40°C 초과의 온도로 가열하여 불용성 섬유 성분 및 가용성 펙틴 성분을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시키기 위해 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 활성화시키는 단계; (C) (i) 단계 A)의 혼합물에, (ii) 단계 B)의 활성화 동안, 또는 (iii) 단계 A)의 혼합물 및 단계 B)의 활성화 동안 기계적 에너지를 적용하는 단계; 및 (D) 상기 혼합물로부터 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 분리시키는 단계를 포함하며, 상기 방법 동안, 상기 혼합물에 존재하는 알콜은 혼합물의 전체 중량을 기준으로 약 40 중량%이거나 약 40 중량%를 초과한다.

[0032] 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 불용성 섬유 성분 및 불용성 프로토펙틴(즉, 불용성 형태의 펙틴)을 포함하는 비활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질이다. 펙틴 함유 바이오매스 물질의 비제한적인 예는 감귤류 과일 및/또는 이의 껍질(예를 들어, 오렌지, 레몬, 라임, 자몽, 포멜로, 오로블랑코(oro blanco) 및 귤), 사과 찌꺼기(pomace), 포도 찌꺼기, 배 찌꺼기, 마르멜로 찌꺼기, 사료 비트, 사탕무, 당 추출로부터의 사탕무 잔여물, 오일 추출로부터의 해바라기 잔여물, 전분 생산으로부터의 감자 잔여물, 예루살렘 아티초크, 파인애플 껍질 및 코어, 치커리 뿌리, 및 다른 펙틴 함유 바이오매스 물질을 포함한다. 불용성 섬유 성분은 일반적으로, 예를 들어, 주로 셀룰로스 섬유, 예를 들어, 헤미셀룰로스 및 셀룰로스를 포함한다.

[0033] 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 물 세척 물질을 제조하기 위해 사용되는 전통적인 방법에 따라 물과의 접촉 및 세척("물 세척됨")에 의해 세정되고 사용 준비될 수 있다. 이러한 방법은, 예를 들어, 신선하고 절단된 감귤 껍질을 취하고, 이를 2-3 부피의 물로 세척하는 것을 포함한다. 이러한 작업은 1-4회 수행될 수 있으며, 그 후 생성된 물 세척된 껍질이 기계적으로 가압된다.

[0034] 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 알콜과의 접촉 및 세척("알콜 세척됨")에 의해 세정되고 사용 준비될 수 있다. 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 전체적으로 또는 부분적으로 참조로서 본원에 포함되는 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 바와 같은 공정을 이용하여 제조될 수 있다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물

질에 존재하는 프로토펙틴은 물에 결합하여 물의 제거를 어렵게 만들 수 있는 것으로 생각된다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 알콜로 처리(즉, 세척)하는 것은 원 위치에서 프로토펙틴이 이의 물에 결합하는 능력을 상실하도록 하고, 이는 프로토펙틴 없이 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 물을 침출시켜, 이에 따라 궁극적으로 펙틴 수율을 증가시키는 것으로 밝혀졌다.

[0035] 적합한 알콜의 비제한적인 예는 에탄올, 이소프로판올, 메탄올, 및 이들의 조합을 포함한다. 알콜은 습윤 조성물의 약 40 중량% 내지 약 85 중량% 또는 습윤 조성물의 적어도 약 70 중량%의 양으로 습윤 조성물에 존재할 수 있다. 습윤 조성물은 또한 알콜 이외에 물을 포함할 수 있으며, 이는 알콜 이외에 습윤 조성물의 전부 또는 실질적으로 나머지를 구성할 수 있다.

[0036] 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이 알콜 세척되는 경우, 각각의 세척 후, 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 알콜 함유 습윤 조성물의 적어도 일부로부터 기계적으로 분리되어 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성할 수 있다. 기계적 분리는 습윤 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 가압함으로써 수행될 수 있으며, 이는 단일 스크류 프레스 유형과 같은 임의의 적합한 가압 장치, 또는 수작업에 의해 수행될 수 있다. 가압 동안의 압력은 약 0.5 bar 내지 약 8 bar 또는 약 2 bar 내지 약 4 bar의 범위일 수 있고, 가압 기간은 약 1분 내지 약 25분, 또는 약 10분 내지 약 25분, 또는 약 15분 내지 약 25분의 범위일 수 있다.

[0037] 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 단지 하나의 알콜 세척을 겪은 후, 기계적으로 분리되어 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성할 수 있다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 하나 초과 알콜 세척 및 상응하는 기계적 분리를 겪어 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성할 수 있다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 첫 번째 알콜 세척 및 상응하는 기계적 분리를 겪은 후, 두 번째 알콜 세척 및 상응하는 기계적 분리를 겪어 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성할 수 있다.

[0038] 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 열에 대한 노출에 의해 선택적으로 건조되어 건조된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성할 수 있다.

[0039] 단계 A)에서, 물 세척되거나 알콜 세척되거나 습식이거나 건식이건 간에 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 알콜의 수용액과 혼합되어 혼합물을 형성할 수 있으며, 혼합물에 존재하는 알콜은 혼합물의 전체 중량을 기준으로 약 40 중량% 또는 약 40 중량% 초과로 존재한다. 단계 A)에서, 알콜은 40 중량% 또는 약 40 중량% 내지 60 중량% 또는 약 60 중량% 알콜의 양으로 혼합물에 존재할 수 있다. 첨가되거나 희석되는 알콜의 양은 물 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질에 존재하는 물의 양 및 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질에 존재하는 알콜 및 물의 양에 따라 당업자에 의해 계산될 수 있다.

[0040] 단계 B)에서의 활성화 전에, 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 불용성 섬유 성분 및 불용성 프로토펙틴 성분을 포함한다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이 활성화 용액과 접촉하는 경우, 프로토펙틴은 원 위치에서 가수분해되어 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질 내에서 수용성 펙틴을 생성시켜, 불용성 섬유 성분 및 가용성 펙틴 성분을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 발생시킨다. 프로토펙틴은 산의 작용을 통해 수용성 펙틴으로 전환되고, 알콜로 인해 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 침출되지 않고 그렇게 작용되는 것으로 생각된다. 결과로서, 펙틴 수율이 개선될 수 있다.

[0041] 알콜 및 산을 포함하는 활성화 용액은 단계 A)의 혼합물에 산을 첨가하여 혼합물의 pH를 0.5 또는 약 0.5 내지 2.5 또는 약 2.5의 범위 내로 조정함으로써 형성될 수 있다. 따라서, 활성화 용액은 약 0.5 내지 약 2.5 또는 약 1.0 내지 약 2.0의 pH를 가질 수 있다. 적합한 알콜의 비제한적인 예는 이소프로필 알콜, 에탄올, 메탄올, 및 이들의 조합을 포함한다. 적합한 산의 비제한적인 예는 유기산 및 무기산, 예를 들어, 질산, 시트르산, 옥살산, 염산, 황산, 인산, 및 이들의 조합을 포함한다. 알콜은 에탄올과 같은 약 40% 내지 약 80% 알콜일 수 있고, 산은 약 0.5 내지 약 2.5의 범위 내의 혼합물의 pH를 제공하기 위해 약 10% 내지 약 65% 질산의 용액일 수 있다. 안전성 이유로 질산의 10% 용액이 바람직하다.

[0042] 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이 활성화 용액과 접촉하는 기간은 적어도 부분적으로 사용되는 알콜 및 산의 유형, 혼합물이 가열되는 온도, 및 기계적 에너지가 단계 B에서 적용되거나 적용되지 않는지의 여부 및 적용되는 기계적 에너지의 강도에 따라 가변적일 것이다. 예를 들어, 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 적어도 약 5분 내지 2시간 또는 약 2시간의 기간 동안 활성화 용액과 접촉될 수 있다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질은 15분 또는 약 15분 내지 1시간 또는 약 1시간의 기간 동안 활성화 용액과 접촉될 수 있다. 또한, 단계 B)는 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55분 또는 1시간, 1.1시간, 1.2시간, 1.25시간, 1.3시간, 1.4시간, 1.5시간, 1.6시간, 1.7시간, 1.75시간, 1.8시간, 1.9시간, 및 2시간의 기간 동안 수행될 수 있다. 혼합물은 이들

언급된 값 중 임의의 값 사이인 기간 동안 가열될 수 있다.

- [0043] 활성화 단계 B)는 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질 및 활성화 용액의 혼합물을 40℃ 또는 약 40℃ 초과인 온도로 가열하는 것을 포함한다. 혼합물은 40℃ 또는 약 40℃ 내지 90℃ 또는 약 90℃의 온도로 가열될 수 있다. 혼합물은 60℃ 또는 약 60℃ 내지 75℃ 또는 약 75℃인 온도로 가열될 수 있다. 혼합물은 40℃, 45℃, 50℃, 55℃, 60℃, 65℃, 70℃, 75℃, 80℃, 85℃ 및 90℃ 중 하나 또는 약 40℃, 약 45℃, 약 50℃, 약 55℃, 약 60℃, 약 65℃, 약 70℃, 약 75℃, 약 80℃, 약 85℃ 및 약 90℃ 중 하나의 온도로 가열될 수 있거나, 혼합물은 이들 언급된 값 중 임의의 값 사이인 온도로 가열될 수 있다.
- [0044] 상기 방법 전체에 걸쳐 사용되는 혼합물은 단계 C)에서 기계적 에너지를 적용하기 위해 사용되는 후속 기계 장치에 따라 제한된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 농도를 갖는다. 보다 효과적인 장치를 위해, 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 농도는 더 높을 수 있다. 단순화하기 위해, 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 농도는 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 건조 물질을 기준으로 할 수 있다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 농도는 혼합물의 전체 중량을 기준으로 1 중량% 또는 약 1 중량% 내지 5 중량% 또는 약 5 중량%일 수 있거나, 2 중량% 또는 약 2 중량% 내지 4 중량% 또는 약 4 중량%일 수 있거나, 3 중량% 또는 약 3 중량% 내지 4 중량% 또는 약 4 중량%일 수 있다.
- [0045] 본원에 기재된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 생성시키기 위한 방법은 단계 C)에서와 같이 상기 방법의 특정 단계에서 기계적 에너지를 적용하는 것을 추가로 포함한다. 기계적 에너지는 단계 A)의 혼합물에 적용될 수 있으며, 이는 상기 기재된 바와 같이 알콜의 수용액 내의 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이다. 기계적 에너지는 단계 B)의 활성화 동안 적용될 수 있으며, 이는 상기 기재된 바와 같이 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 활성화 용액 및 열에 적용하는 것이다. 기계적 에너지는 단계 A) 및 단계 B) 둘 모두 동안 적용될 수 있다. 상기 방법에서 기계적 에너지를 적용하는 것은 혼합물을 균질화시키고, 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 물리적 구조를 변경시키고, 코일 중첩 파라미터를 증가시키고, 셀룰로스가 미세 원섬유화 셀룰로스가 되는 것을 부분적으로 가능하게 한다. 상기 방법에 적용되는 기계적 에너지의 양은 적용되는 단계, 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 유형, 혼합물에서 사용되는 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 양, 혼합물의 pH, 및 활성화 단계의 온도에 의존한다. 기계적 에너지의 양은 또한 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시키기 위해 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 활성화를 완료하는데 필요한 시간의 양에 영향을 미칠 수 있다.
- [0046] 기계적 에너지를 적용하기 위한 장치는 펌프, 리파이너, 압출기, 로브 펌프, 및/또는 원심분리 펌프일 수 있다. 혼합물은 압력 용기(가열된 용매 혼합물을 함유할 수 있음), 환류 용기, 열 교환기, 예를 들어, 셸 및 튜브 열 교환기, 및 시스템에서 펌프를 통한 다수의 통과를 가능하게 하는 가열된 혼합물을 용기로 다시 재순환시키기 위한 펌프를 포함하는 폐쇄-루프 시스템에서 순환될 수 있다. 펌프를 통해 또는 시스템을 통해 통과함에 따라 유체 상에서 2축 확장 응력과 같은 기계적 에너지를 발휘할 수 있는 임의의 펌프가 사용될 수 있다. 예로는 회전 로브 펌프(예를 들어, Viking Pump, Inc., Cedar Falls, IA; Johnson Pump, Rockford, IL; 및 Wright Flow Technologies, Inc., Cedar Falls, IA로부터 이용 가능함); 원심분리 펌프, 및 수력-운동 펌프(예를 들어, Cornell Pump Company, Clackamas, OR; 및 Alfa Laval Inc., Richmond, VA로부터 이용 가능함)를 포함한다. 2축 확장 응력과 같은 기계적 에너지를 부여하기 위해 단독으로 또는 조합하여 사용될 수 있는 다른 장치는 판 리파이너, 디스크 리파이너, 원뿔형 리파이너, 하이드라펄퍼(hydrapulper), 압출기, 마찰 그라인더 밀, 햄머 밀, 및 볼 밀을 포함한다. 증기 폭발 또는 압력 완화가 또한 사용되어 기계적 에너지에 영향을 줄 수 있다. 상기 방법은 압력 용기로 다시 순환하지 않고 연속적으로 설계될 수 있다.
- [0047] 펌프는 단독으로 또는 다른 유형의 펌프와 조합된 회전식 로브 펌프일 수 있다. 회전식 로브 펌프는 양성 변위 펌프이며, 단일 로브, 2-로브, 3-로브, 또는 다중-로브 구성을 가질 수 있다. 작동 동안, 2개의 로터가 서로 맞물리고, 반대 방향으로 회전하여, 로터와 펌프의 하우징 사이에 공동이 형성된다. 혼합물이 공동으로 진입하여 채우고, 로브와 덮개 사이의 펌프를 통해 이동한다. 펌프 로브의 이동은 혼합물을 펌프의 배수 측 출구 포트를 통해 강제하고, 혼합물은 펌프로부터 배수된다. 펌프를 통한 혼합물의 이동은 혼합물을 기계적 에너지에 노출시키며, 이는 셀룰로스 섬유를 적어도 부분적으로 원섬유로 잘게 찢는다. 기계적 에너지는 2-축 확장 응력을 포함할 수 있다. 로브 펌프는 정해진 시간 동안 혼합물을 열 교환기를 통해 탱크 또는 압력 용기로 다시 연속적으로 펌핑할 수 있다. 상기 방법은 탱크 또는 압력 용기로 다시 순환하지 않고 연속적으로 설계될 수 있다.
- [0048] 폐쇄-루프 시스템 또는 연속 공정을 통해 순환함에 따라 펌프 내 및 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질 내에서 난류를 유도할 수 있는, 예를 들어, 펌프의 작용에 의해 부여되는 이러한 기계적 에너지는 셀룰로스 성분의 구조를 개방시키고, 상기 공정 동안 검사하는 경우 더욱 "숨털 같은" 또는 "면화-같은" 외형을 갖도록 함에 따라 물

질의 물리적 구조를 시각적으로 변화시킨다. 난류는 유동 역전 및 이에 따라 혼합물 내에서의 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 연장을 발생시킨다. 기계적 에너지는 셀룰로스 섬유의 적어도 일부를 원섬유로 원섬유화시켜, 표면적을 증가시키고, 따라서 활성화 단계의 효능을 증가시킨다.

[0049] 기계적 에너지의 적용은 혼합물 내의 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 이의 섬유성 구조로 변형시켜 프로토펙틴에 대한 활성화 용액의 더 많은 접근을 가능하게 하는 개방 네트워크를 생성시킬 수 있어 프로토펙틴이 섬유성 구조 내에서 가용성 펙틴으로 전환된다. 일 예에서, 실질적으로 모든 펙틴이 심지어 냉수에서도 용이하게 수용성이 된다. 미세 원섬유화된 셀룰로스는 미립자 형태일 수 있으며, 1×10^{-6} 미터 또는 약 1×10^{-6} 미터 내지 5000×10^{-6} 미터 또는 약 5000×10^{-6} 미터, 100×10^{-6} 미터 또는 약 100×10^{-6} 미터 내지 3000×10^{-6} 미터 또는 약 3000×10^{-6} 미터, 500×10^{-6} 미터 또는 약 500×10^{-6} 미터 내지 3000×10^{-6} 미터 또는 약 3000×10^{-6} 미터, 또는 1000×10^{-6} 미터 또는 약 1000×10^{-6} 미터 내지 3000×10^{-6} 미터 또는 약 3000×10^{-6} 미터의 범위의 특징적인 길이를 가질 수 있다.

[0050] 본원에서 사용되는 기계적 에너지는 혼합물 내의 건조 물질(DM) 킬로그램 당 킬로줄(kJ) 또는 혼합물(즉, 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 함유하는 슬러리)의 킬로그램 당 킬로줄로 정의된다. 건조 물질 kg 당 에너지 입력을 지정하는 것은 전처리되고 활성화되는 혼합물의 전체 중량과 독립적이다. 적용되는 기계적 에너지의 양은 건조 물질 kg 당 800 킬로줄 이상 또는 약 800 킬로줄 이상, 또는 건조 물질 kg 당 800 kJ 또는 약 800 kJ 내지 15,000 kJ 또는 약 15,000 kJ의 범위일 수 있다. 혼합물이 적용될 수 있는 기계적 에너지는 800 kJ/kg, 1,000 kJ/kg, 1,200 kJ/kg, 1,400 kJ/kg, 1,600 kJ/kg, 1,800 kJ/kg, 2,000 kJ/kg, 2,200 kJ/kg, 2,400 kJ/kg, 2,600 kJ/kg, 2,800 kJ/kg, 3,000 kJ/kg, 3,200 kJ/kg, 3,400 kJ/kg, 3,600 kJ/kg, 3,800 kJ/kg, 4,000 kJ/kg, 4,200 kJ/kg, 4,400 kJ/kg, 4,600 kJ/kg, 4,800 kJ/kg, 5,000 kJ/kg, 5,200 kJ/kg, 5,400 kJ/kg, 5,600 kJ/kg, 5,800 kJ/kg, 6,000 kJ/kg, 6,200 kJ/kg, 6,400 kJ/kg, 6,800 kJ/kg, 7,000 kJ/kg, 7,200 kJ/kg, 7,400 kJ/kg, 7,600 kJ/kg, 7,800 kJ/kg, 8,000 kJ/kg, 8,200 kJ/kg, 8,400 kJ/kg, 8,600 kJ/kg, 8,800 kJ/kg, 9,000 kJ/kg, 9,200 kJ/kg, 9,400 kJ/kg, 9,600 kJ/kg, 9,800 kJ/kg, 10,000 kJ/kg, 10,200 kJ/kg, 10,400 kJ/kg, 10,600 kJ/kg, 10,800 kJ/kg, 11,000 kJ/kg, 11,200 kJ/kg, 11,400 kJ/kg, 11,600 kJ/kg, 11,800 kJ/kg, 12,000 kJ/kg, 12,200 kJ/kg, 12,400 kJ/kg, 12,600 kJ/kg, 12,800 kJ/kg, 13,000 kJ/kg, 13,200 kJ/kg, 13,400 kJ/kg, 13,600 kJ/kg, 13,800 kJ/kg, 14,000 kJ/kg, 14,200 kJ/kg, 14,400 kJ/kg, 14,600 kJ/kg, 14,800 kJ/kg 또는 15,000 kJ/kg 중 적어도 어느 하나일 수 있거나, 혼합물은 **a** 또는 약 **a** 내지 **b** 또는 약 **b**의 범위 내의 기계적 에너지에 적용될 수 있으며, 여기서 **a**는 상기 기계적 에너지 값 중 어느 하나이고, **b**는 **a**보다 큰 상기 기계적 에너지 값 중 어느 하나이고, 예를 들어, 1,400 kJ/kg 또는 약 1,400 kJ/kg 내지 7,900 kJ/kg 또는 약 7,900 kJ/kg, 또는 1,300 kJ/kg 또는 약 1,300 kJ/kg 내지 14,400 kJ/kg 또는 약 14,400 kJ/kg 등이다. 예를 들어, 50분(3000초)의 기간 동안 10 Hz(0.4 kW)에서 작동되는 50 Hz에서 2 kW인 펌프 모터로 로브 펌프(APV 타입, CL/1/021/10)를 통해 처리된 산성화된 수성 알콜 30 리터 중의 1 kg 물질(건조 중량 기준)에 대해, 샘플에 부여된 에너지는 0.4 kW X 3000초 또는 1200 킬로줄(건조 물질 kg 당)이었다. 혼합물에 대한 기계적 에너지는 혼합물의 킬로그램 당 36 킬로줄 초과 또는 약 36 킬로줄 초과, 혼합물의 킬로그램 당 40 킬로줄 초과 또는 약 40 킬로줄 초과, 또는 혼합물의 킬로그램 당 60 킬로줄 초과 또는 약 60 킬로줄 초과일 수 있다.

[0051] 건조 물질 킬로그램 당 또는 혼합물의 킬로그램 당 기계적 에너지 입력은 기계적 장치에 의존한다. 에너지 입력은 주파수 인버터, 암페어 및 전압의 사용을 고려하여 사용되는 펌프 또는 유사한 장치의 모터 사이즈를 기준으로 할 수 있다. 예를 들어, 10-40 Hz 범위의 주파수 및 0.4-1.6 kW 범위의 효과를 갖는 로브 펌프를 이용하고, 혼합물을 로브 펌프를 통해 20-156회 통과로 순환시키는 경우, 기계적 에너지 입력에 해당하는 것은 800-8600 kJ 범위 내이다. 상기 로브 펌프를 이용하여, 펌프를 통한 통과 수 20-50회 통과일 수 있으며, 이는 800-2400 kJ의 기계적 에너지 입력에 해당한다. 이러한 예시적 구현에는 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이 감귤류 껍질인 경우에 사용된다.

[0052] 표 1-2 및 도 1-2의 코일 중첩 파라미터 및 기계적 에너지의 값의 그래프는 전처리로서 하기 기재되는 단계 A) 및/또는 활성화로서 하기 기재되는 단계 B)에 추가되는 경우의 기계적 에너지의 효과의 예이다. 이들 예에서, 에너지를 추가하기 위해 다음 장치가 사용되었다: 작은 로브 펌프(2 kW); 큰 로브 펌프(5.5 kW); 로브 펌프(2.2 kW); 원심분리 펌프(7.5 kW); 보스턴 전단 밀(Boston Shear Mill)(11 kW); 압출기(8 kW); 및 리파이너(8 kW). 예시적 양은 30 kg 혼합물 중 1 kg 건조 물질(DM) 및 약 360 kg 혼합물 중 약 20 kg 건조 물질이었다. 전처리 전에 알콜을 이용한 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 회석이 물질을 펄핑할 수 있도록 하기 위해 수행될 수

있다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이 알콜 세척되는 경우, 펌핑이 사용되는 장비의 유형에 문제가 되지 않는 경우와 같이 알콜의 첨가 없이 전처리가 수행될 수 있다. 알콜을 이용한 회석은 활성화 단계에서만 가능하다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이 회석되지 않는 경우(예를 들어, 알콜 세척된 감귤류 껍질을 이용), 전처리는 덜한 에너지 입력을 요구할 수 있다.

[0053] 표 1의 기계적 에너지 특성을 계산하기 위해, 하기 예시적 계산이 이용될 수 있다:

[0054] 1) 로브 펌프는 50 헤르츠에서 2 kW 모터를 갖지만, 10 헤르츠에서만 작동하여 0.4 kW의 효과를 제공한다. 로브 펌프는 30분(1800초) 동안 작동하며, 이는 기계적 에너지가 $0.4 \text{ kW} * 1800 \text{ 초} = 720 \text{ kJ}$ 임을 의미한다. 재순환되는 슬러리는 1 kg의 건조 물질(DM)을 함유하므로 비 에너지(specific energy)는 720 kJ/kg DM이다. 전체 슬러리 부피는 30 kg이다. 10 헤르츠에서 작동하는 펌프는 860 kg/hr의 유량을 제공하므로, 30분 동안 펌프를 통과하는 전체 슬러리는 430 kg이다. 이후, 슬러리는 $430 \text{ kg} / 30 \text{ kg} = 14.3$ 회 통과를 갖는다.

[0055] 2) 로브 펌프는 50 헤르츠에서 2 kW 모터를 가지며, 이 주파수에서 작동한다. 로브 펌프는 60분(3600초) 동안 작동하며, 이는 기계적 에너지가 $2 \text{ kW} * 3600 \text{ 초} = 7200 \text{ kJ}$ 임을 의미한다. 재순환되는 슬러리는 1 kg의 건조 물질(DM)을 함유하므로 비 에너지는 7200 kJ/kg DM이다. 전체 슬러리 부피는 30 kg이다. 50 헤르츠에서 작동하는 펌프는 4300 kg/hr의 유량을 제공하므로, 60분 동안 펌프를 통과하는 전체 슬러리는 4300 kg이다. 이후, 슬러리는 $4300 \text{ kg} / 30 \text{ kg} = 143$ 회 통과를 갖는다.

[0056] 표 1

샘플	건조 물질(kg)	전처리 장치	전처리 혼합물(kg)	전처리 에너지(kJ)	전처리 에너지(kJ/kg DM)	전처리 비 에너지(kJ/kg DM)	활성화 장치	전체 슬러리(kg)	활성화 에너지(kJ)	활성화 에너지(kJ/kg DM)	활성화 비 에너지(kJ/kg DM)	활성화 에너지(kJ/kg 혼합물)	전체 비 에너지(kJ/kg 혼합물)
1	1	BSM	30	1386	1386	1386	작은 로브	30	1200	1200	1200	40.0	86.2
2	1	BSM	30	1386	1386	1386	없음	30	0	0	0	0.0	46.2
3	1	BSM	30	693	693	693	작은 로브	30	1200	1200	1200	40.0	63.1
4	1	BSM	30	693	693	693	없음	30	0	0	0	0.0	23.1
5	1	없음	30	0	0	0	작은 로브	30	1200	1200	1200	40.0	40.0
6	1	없음	30	0	0	0	작은 로브	30	2400	2400	2400	80.0	80.0
7	1	없음	30	0	0	0	작은 로브	30	4800	4800	4800	160.0	160.0
8	1	없음	30	0	0	0	없음	30	0	0	0	0.0	0.0
9	1	없음	30	0	0	0	작은 로브	30	8640	8640	8640	288.0	288.0
10	1	없음	30	0	0	0	작은 로브	30	6480	6480	6480	216.0	216.0

[0057]

[0058]

11	1	없음	30	0	0	0.0	작은 포브	30	10800	10800	360.0	10800	360.0
12	1	없음	30	0	0	0.0	작은 포브	30	10800	10800	360.0	10800	360.0
13	1	없음	30	0	0	0.0	작은 포브	30	1800	1800	60.0	1800	60.0
14	1	없음	30	0	0	0.0	작은 포브	30	7200	7200	240.0	7200	240.0
15	1	없음	30	0	0	0.0	작은 포브	30	7200	7200	240.0	7200	240.0
16	1	없음	30	0	0	0.0	작은 포브	30	7200	7200	240.0	7200	240.0
17	20	리파이 너	360	2400	120	6.7	포브 + 원심분리	360	21420	1071	59.5	1191	66.2
18	20	리파이 너	360	2400	120	6.7	포브 + 원심분리	360	42840	2142	119.0	2262	125.7
19	20	리파이 너	360	9600	480	26.7	포브 + 원심분리	360	32130	1606.5	89.3	2087	115.9
20	20	리파이 너	360	9600	480	26.7	포브 + 원심분리	360	42840	2142	119.0	2622	145.7
21	20	리파이 너	360	16800	840	46.7	포브 + 원심분리	360	21420	1071	59.5	1911	106.2
22	20	리파이 너	360	16800	840	46.7	포브 + 원심분리	360	32130	1606.5	89.3	2447	135.9

[0059]

23	20	리파이 너	360	16800	840	46.7	포브 원상분리	+	360	42840	2142	119.0	2982	165.7
24	20	없음	360	0	0	0.0	포브 원상분리	+	360	32130	1606.5	89.3	1607	89.3
25	20	없음	360	0	0	0.0	포브 원상분리	+	360	53550	2677.5	148.8	2678	148.8
26	1	없음	30	0	0	0.0	큰 포브		30	990	990	33.0	990	33.0
27	1	없음	30	0	0	0.0	큰 포브		30	1980	1980	66.0	1980	66.0
28	1	없음	30	0	0	0.0	큰 포브		30	3366	3366	112.2	3366	112.2
29	1	없음	30	0	0	0.0	큰 포브		30	5346	5346	178.2	5346	178.2
30	1	없음	30	0	0	0.0	큰 포브		30	5346	5346	178.2	5346	178.2
31	1	없음	30	0	0	0.0	큰 포브		30	891	891	29.7	891	29.7
32	1	없음	30	0	0	0.0	큰 포브		30	1980	1980	66.0	1980	66.0
33	1	없음	30	0	0	0.0	큰 포브		30	3267	3267	108.9	3267	108.9
34	1	없음	30	0	0	0.0	큰 포브		30	5247	5247	174.9	5247	174.9
35	1	없음	4.2	0	0	0.0	작은 포브		30	12000	12000	400.0	12000	400.0

[0060]

36	1	입출기	4.2	725	725	172.6	작은 로브	30	12000	12000	400.0	12725	572.6
37	1	입출기	4.2	556	556	132.4	작은 로브	30	12000	12000	400.0	12556	532.4
38	1	없음	2.5	0	0	0.0	작은 로브	30	12000	12000	400.0	12000	400.0
39	1	입출기	2.5	180	180	72.0	작은 로브	30	12000	12000	400.0	12180	472.0
40	1	입출기	2.5	196	196	78.4	작은 로브	30	12000	12000	400.0	12196	478.4
41	1	입출기	2.5	196	196	78.4	없음	30	0	0	0.0	196	78.4

[0061] 표 2

샘플	전체 비 에너지(kJ/kg DM)	전체 비 에너지(kJ/kg 혼합물)	온도 (°C)	가열 시간 (분)	통과의 수	질산 62%(mL/kg)	IV (dL/g)	회수(%)	코일 중첩 파라미터
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

[0062]

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

[0063]

[0064]

표 1-2 및 도 1-2의 데이터를 참조하여, 코일 중첩 파라미터가 입력된 기계적 에너지에 대해 플로팅되는 경우, 그래프로부터 하기를 획득할 수 있다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질, 이들 예에서 감귤류 껍질에 추가되는 에너지가 800 kJ/kg DM 이상 또는 혼합물 kg 당 36 kJ인 경우, 코일 중첩 파라미터는 2 이상이다. 장비, 온도, pH 및 기계적 에너지 적용 지점의 변화로 인해 코일 중첩 파라미터가 영향을 받는다. 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질의 기능성은 코일 중첩 파라미터가 증가함에 따라 증가한다. 따라서, 상기 방법은 1200 kJ/kg DM 이상 또는 약 1200 kJ/kg DM 이상 또는 혼합물 kg 당 40 kJ 또는 약 40 kJ의 기계적 에너지를 이용하는 경우 2.3 이상 또는 약 2.3 이상의 코일 중첩 파라미터, 및 1900 kJ/kg DM 또는 약 1900 kJ/kg DM 또는 혼합물 kg 당 60 kJ 또는 약 60 kJ의 기계적 에너지를 이용하는 경우 2.5 이상 또는 약 2.5 이상의 코일 중첩 파라미터를 갖는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질을 생성시킬 수 있다.

[0065]

예를 들어, 상기 샘플 1로 돌아가서, 전처리 전에 알코올 이용한 회석이 이루어졌다. 건조 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질(알코올 세척됨)의 양 = 1 kg(이는 전형적으로 2.5 kg의 습윤 시작 펙틴 함유 바이오매스와 관련됨). 전처리에서 혼합물의 전체 중량 = 30 kg. 전처리에서의 에너지 입력 = 1386 킬로줄(kJ). 활성화 동안의 에너지 입력 = 1200 kJ. 전체 에너지 입력은 전처리에서의 에너지 입력 + 활성화 동안의 에너지 입력 = 2586 kJ이었다. 전체 비 에너지 입력(건조 물질을 기준으로 함) = (전체 에너지 입력) / (건조 시작 펙틴 함유 바이오매스의 양) = 2586 kJ / 1 kg = 2586 kJ/kg DM. 전체 비 에너지 입력(슬러리의 전체 중량을 기준으로 함) = (전체 에너지 입력) / (슬러리의 전체 중량) = 2586 kJ / 30 kg = 86.2 kJ/kg.

[0066]

예를 들어, 샘플 40으로 돌아가서, 전처리 후에 알코올 이용한 회석이 이루어졌다. 건조 시작 펙틴 함유 바이오매스(알코올 세척됨)의 양 = 1 kg(이는 전형적으로 2.5 kg의 습윤 시작 펙틴 함유 바이오매스와 관련됨). 혼합물의 전체 중량 = 30 kg. 전처리에서의 에너지 입력 = 196 kJ. 활성화 동안의 에너지 입력 = 12000 kJ. 전체 에너지 입력 = 전처리에서의 에너지 입력 + 활성화 동안의 에너지 입력 = 12196 kJ. 전체 비 에너지 입력(건조 물질을 기준으로 함) = (전체 에너지 입력) / (건조 시작 펙틴 함유 바이오매스의 양) = 12196 kJ / 1 kg = 12196 kJ/kg. 전체 비 에너지 입력(혼합물의 전체 중량을 기준으로 함) = (전처리 동안의 전체 에너지 입력) / (전처리 동안의 혼합물의 전체 중량) + (활성화 동안의 전체 에너지 입력) / (활성화 동안의 혼합물의 전체 중량) = 196 kJ / 2.5 kg + 12000 kJ / 30 kg = 478 kJ/kg.

- [0067] 본원에 기재된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 생성시키기 위한 방법은 단계 D)로 언급되는 혼합물로부터 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 분리시키는 것을 포함한다. 활성화시키고 기계적 에너지를 적용한 후, 이제 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물 및 활성화 용액은 활성화 용액을 포함하는 액체상 및 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 포함하는 상으로 분리된다. 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 함유하는 상은, 예를 들어, 스크류 프레스 또는 디칸터(decanter) 원심분리기를 이용하여 추가로 가압될 수 있다. 상기 방법은 혼합물의 배수, 디칸팅 또는 막 여과를 포함할 수 있다. 예를 들어, 혼합물은 혼합물의 유체 부분이 배수되도록 하기 위해 천공된 벨트 또는 스크린 상에 침착될 수 있다. 과량의 유체는, 예를 들어, 유압 프레스, 공압 프레스, 스크류 프레스, 빈센트(Vincent) 프레스, 또는 원뿔형 프레스, 또는 원심분리 추출기, 또는 이들의 임의의 조합과 같은 프레스의 사용에 의한 압력의 적용에 의해 제거되어 탈수된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 형성할 수 있다.
- [0068] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질 조성물은 약 40 중량%의 건조 물질을 포함하며, 액체는 주로 알콜 및 산으로 구성된다. 잔여 산을 제거하기 위해, 분리 단계 D)는 세척액의 pH가 3 또는 약 3 내지 5 또는 약 5 또는 3.5 또는 약 3.5 내지 4.5 또는 약 4.5까지 증가될 때까지 40 중량% 또는 약 40 중량% 내지 90 중량% 또는 약 90 중량%의 알콜을 함유하는 알콜의 수용액 중에서 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 세척하는 것을 포함할 수 있다. 알콜 세척제는 또한 산을 중화시킬 수 있는 알칼리화제를 포함할 수 있다. 배수된 활성화된 펙틴 함유 조성물을 세척하기 위해 사용될 수 있는 알콜의 비제한적인 예는 이소프로필 알콜, 에탄올, 메탄올 및 이들의 조합물을 포함한다. 예시적 알칼리화제는 카르보네이트, 바이카르보네이트, 또는 하이드록시드의 알칼리 금속염, 예를 들어, 포타슘 카르보네이트, 소듐 바이카르보네이트 또는 소듐 하이드록시드를 포함한다. 이러한 세척은 बै치(batch) 공정 또는 역류 공정으로 수행될 수 있다. 알콜 세척제에 존재하는 알콜의 양은 후속 세척에서 증가될 수 있다. 예를 들어, 제1 알콜 세척제는 45 wt%의 알콜 함량을 포함할 수 있고, 제2 알콜 세척제는 55 wt%의 알콜 함량을 포함할 수 있고, 제3 알콜 세척제는 70 wt% 이상의 알콜 함량을 포함할 수 있다. 최종 세척 단계로서 70 wt% 이상의 알콜 함량을 갖는 알콜 세척제를 이용하는 것은 건조 전에 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 효과적으로 탈수시킬 수 있다. 이는 목표 수분 함량으로 건조된 생성물을 달성하는데 필요한 시간 및 온도를 감소시킬 수 있다. 알콜의 존재는 또한 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 셀룰로스 섬유질의 원섬유 사이의 수소 결합 형성을 최소화하거나 방지함으로써 건조시 셀룰로스 섬유의 각질화를 최소화하거나 방지하는 것을 도울 수 있다. 상기 공정은 활성화된 섬유를 탈수시키기 위해 더 높은 알콜 농도를 갖는 일련의 연속적인 알콜 세척을 포함할 수 있다.
- [0069] 분리 단계 후, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 이후 인-라인(in-line) 또는 오프-라인으로 하류 처리 또는 공정을 겪을 수 있다. 추출을 위해 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 이용하는 경우, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 수성 현탁액의 형태일 수 있다.
- [0070] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 건조 형태가 되도록 건조될 수 있다. 건조 동안의 온도는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 품질에 영향을 미치지 않기 위해 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 온도가 약 75-80℃를 초과하지 않도록 제어되어야 한다. 예시적인 비제한적 건조 방법은 섬유로부터 물을 짜내기 위한 기계적 분리 기술, 잔여 물을 대체하기 위한 용매 교환, 예를 들어, 유기 용매 용액을 이용한 세척, 동결 건조, 진공 건조, 분무 건조, 드럼 건조, 열을 이용한 건조, 기류를 이용한 건조, 플래쉬 건조, 유체화 베드 건조, 복사열에 대한 노출 및 이들의 조합을 이용하는 것을 포함한다. 셀룰로스 대 셀룰로스 상호작용을 추가로 억제하기 위해 건조 공정에서 건조제가 포함될 수 있다. 건조제의 비제한적인 예는 글루코스 시럽, 옥수수 시럽, 수크로스, 텍스트린, 말토텍스트린, 및 이들의 조합을 포함한다.
- [0071] 건조 후의 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 건조 미립자 형태, 예를 들어, 분말이 되도록 추가로 분쇄될 수 있다. 적합한 분쇄 방법의 비제한적인 예는 연마, 제분화 등을 포함한다. 분쇄는 개선된 유동성, 분산성, 수화 및/또는 취급 특성을 갖는 생성물을 제공하기 위해 건조된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 입자 크기를 추가로 감소시킬 수 있다. 입자는 300 μm 이하의 크기로 분쇄될 수 있다. 입자는 250 μm 이하의 크기로 분쇄될 수 있다. 입자는 200 μm 이하의 크기로 분쇄될 수 있다. 입자는 150 μm 이하의 크기로 분쇄될 수 있다. 입자는 125 μm 이하의 크기로 분쇄될 수 있다. 입자는 100 μm 이하의 크기로 분쇄될 수 있다. 입자는 75 μm 이하의 크기로 분쇄될 수 있다. 예를 들어, 입자는 제분화에 의해 원하는 크기로 분쇄될 수 있다. 임의의 유형의 제분기가 사용될 수 있다. 예를 들어, 해머 밀, 핀 밀, 핀드 디스크(pinned disc) 밀, 비터(beater) 밀, 크로스 비터 밀, 공기 미세화기, 제트 밀, 분류기 밀, 볼 밀, 회전 충격 밀, 및 터보 밀 중 어느 하나 또는 조합이 이용될 수 있다.
- [0072] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 식품 성분일 수 있다. 즉, 이는 식품 첨가물이 아니다. 이는 식품 산

업과 중요한 소비자에게 의해 받아 들여지는 장점을 갖는다. 본원에 기재된 임의의 예시적 방법으로부터 유래된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 제품에 포함된다. 본원에 기재된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 제품에 포함된다. 상기 제품은 식품일 수 있으나, 식품으로 제한되지는 않는다.

[0073] 펙틴 함유 바이오매스 조성물 및 이의 제조를 위한 방법의 여러 양태 및 구현예가 본원에 기재된다. 주제의 특징은 특정 양태 내에서 상이한 특징의 조합이 구상될 수 있도록 기재된다. 본원에 개시된 각각의 및 모든 양태 및 각각의 및 모든 특징에 대해, 본원에 기재된 설계, 조성물, 공정 또는 방법에 유해한 영향을 미치지 않는 모든 조합이 고려되며, 특정 조합의 명시적 설명과 함께 또는 설명 없이 상호 교환될 수 있다. 따라서, 달리 명시적으로 언급되지 않는 한, 본원에 개시된 임의의 양태, 구현예 또는 특징은 본 발명의 개시와 일치하는 본 발명의 설계, 조성물, 공정 또는 방법을 기재하기 위해 조합될 수 있다.

[0074] 여러 유형의 범위가 본 발명에 개시되어 있다. 임의의 유형의 범위가 개시되거나 청구되는 경우, 의도는 범위의 종점뿐만 아니라 그 안에 포함된 임의의 하위범위 및 하위범위의 조합을 포함하는 상기 범위가 합리적으로 포함할 수 있는 각각의 가능한 수를 개별적으로 개시하거나 청구하는 것이다.

[0075] 값 또는 범위는 본원에서 "약", "약" 하나의 특정 값으로부터, 및/또는 "약" 또 다른 특정 값까지 표현될 수 있다. 상기 값 또는 범위가 표현되는 경우, 개시된 다른 양태는 하나의 특정 값으로부터 및/또는 다른 특정 값으로 언급된 특정 값을 포함한다. 유사하게, 앞에 "약"을 이용하여 값이 근사치로 표현되는 경우, 특정 값이 또 다른 양태를 형성하는 것이 이해될 것이다. 여기에 개시된 다수의 값이 존재하고, 각각의 값은 또한 본원에서 그 값 자체에 더하여 그 특정 값에 대해 "약"으로 개시되는 것이 추가로 이해될 것이다. 양태들에서, "약"은, 예를 들어, 언급된 값의 10% 이내, 언급된 값의 5% 이내, 또는 언급된 값의 2% 이내를 의미하기 위해 사용될 수 있다.

[0076] 농도 및 백분율은 문맥이 달리 나타내지 않는 한 중량 백분율이다.

[0077] 조성물 및 방법은 다양한 성분 또는 단계를 "포함하는" 것으로 기재되지만, 조성물 및 방법은 또한 달리 언급되지 않는 한 다양한 성분 또는 단계를 "필수적으로 포함"하거나 이로 "구성"될 수 있다.

[0078] 단수 용어는 달리 명시되지 않는 한 복수의 대안, 예를 들어, 적어도 하나를 포함하는 것으로 의도된다.

[0079] 본 발명의 교시를 기재하고 정의하기 위해, 임의의 정량적 비교, 값, 측정 또는 다른 표현에 기인할 수 있는 고유한 불확실성 정도를 나타내기 위해 용어 "실질적으로"가 본원에서 이용되는 것을 유의한다. 용어 "실질적으로"는 또한 정량적 표현이 문제의 주제의 기본 기능에서 변화를 발생시키지 않으면서 언급된 참조로부터 변할 수 있는 정도를 표현하기 위해 본원에서 사용된다.

[0080] 본원에 기재된 것과 유사하거나 동등한 임의의 방법 및 물질이 본 발명의 실시 또는 시험에서 이용될 수 있으나, 전형적인 방법 및 물질이 본원에서 기재된다.

[0081] 본원에 언급된 모든 간행물 및 특허는 간행물 및 특허에 기재되고, 이전에 기재된 발명과 관련하여 사용될 수 있는, 예를 들어, 작제물 및 방법을 기재하고 개시하기 위한 목적으로 본원에 참조로서 포함된다.

[0082] 실시예

[0083] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물 및 방법은 하기 비제한적인 실시예로 추가로 이해될 수 있다. 이들은 단지 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물 및 상기 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 포함하는 제품을 생성하기 위한 기재된 방법에 대해 추가되는 상이한 시작 물질 및 기계적 에너지에 대한 예이다.

[0084] 에스테르화 정도(DE), 갈락투론산 정도(GA), 겔보기 점도(mPa · s), 고유 점도(dL/g), 잔여 당 함량(%), 물 결합(g/g), SAG 및 회수율(%)을 분석하기 위해 하기 프로토콜을 이용하였다.

[0085] 프로토콜 1: 에스테르화 정도 및 갈락투론산 정도의 결정

[0086] 에스테르화 정도(DE) 및 갈락투론산 정도(GA)를 FAO JECFA Monographs 4 (2007)에 기재된 방법의 변형을 이용하여 측정하였다. 100 mL의 산 알콜(100 mL 50-60% 이소프로판올+5 mL HCl 발연 37%)을 10분 동안 자기 교반기로 교반하면서 2.00 g의 연마된 껍질에 첨가하였다. 혼합물을 여과지를 갖는 부호너 깔때기를 통해 여과 또는 통과시키고, 비커를 6 x 15 mL 산 알콜로 행구고, 또한 여과지를 갖는 부호너 깔때기를 통해 여과 또는 통과시켰다. 이후, 여과액을 약 1000 mL의 50-60% 이소프로판올로 먼저 세척한 후, 약 2 x 50 mL의 100% 이소프로판올로 세척하였다. 이후, 샘플을 105℃에서 약 2.5시간 동안 건조시켰다.

- [0087] 약 0.40 g의 중량을 갖는 샘플을 중복 결정을 위해 측정하였다(중복 결정 사이의 편차는 절대 1.5%를 초과하지 않아야 하며, 그렇지 않은 경우 시험을 반복하였다). 샘플을 먼저 약 2 mL의 100% 이소프로판올로 적셨다. 이후, 약 50 mL의 이산화탄소가 없는 물을 자기 교반기로 교반하면서 적신 샘플에 첨가하였다. 이후, 샘플을 지시약에 의해 또는 pH 측정기/오토뷰렛(autoburette)을 이용하여 적정에 의해 평가하였다.
- [0088] 지시약을 이용한 적정. 5 점적의 페놀프탈레인 지시약을 샘플에 첨가하고, 이를 색의 변화가 관찰될 때까지 0.1 N NaOH로 적정하였다(이를 V_1 역가로 기록함). 20.0 mL의 0.5 N NaOH를 교반하면서 첨가하고, 정확히 15분 동안 호일로 덮었다. 색이 사라질 때까지 교반하면서 20.0 mL의 0.5 N HCl을 첨가하였다. 이후, 3 점적의 페놀프탈레인 지시약을 첨가하고, 이를 색의 변화가 관찰될 때까지 0.1 N NaOH로 적정하였다(이를 V_2 역가로 기록함). 20 mL의 0.5 N NaOH 및 HCl 각각의 2개의 부분의 균형화의 가능한 부정확성을 벌충시키기 위해, 소위 "블라이트 측정"을 수행하였다(즉, 100 mL의 탈이온수를 적정을 포함하여 샘플 용액과 동일한 방식으로 처리하였다). 이후, 마지막 적정 결과를 B_1 역가로 기록하였다. 이후, 에스테르화 정도 및 갈락투론산 정도를 하기 계산에 의해 특성 규명하였다.
- [0089] (i) $V_t = V_1 + (V_2 - B_1)$
- [0090] (ii) % DE (에스테르화 정도) = $[(V_2 - B_1) / V_t] * 100$
- % GA (갈락투론산 정도) = $\frac{[194.1 * V_t * N * 100]}{\text{세척되고 건조된 샘플의 중량 (mg)}}$
- [0091] (iii)
- [0092] 상기 식에서, N = 적정에 사용된 0.1 N NaOH에 대한 보정된 정규성.
- [0093] 프로토콜 2: 점도(VIS)의 결정
- [0094] 펙틴의 2% 용액을 소듐 헥사메타포스페이트를 함유하는 배지 중에서 25°C에서 제조하였다. 점도를 4.0으로의 pH의 조정 후 브룩필드(Brookfield) 점도계 타입 LVT 또는 LVF로 결정하였다.
- [0095] 장치는 하기를 포함하였다:
- [0096] 1. 분석 저울
- [0097] 2. 비커; 400 mL 및 2000 mL
- [0098] 3. 자기 교반기 및 테플론(Teflon)-코팅 교반 막대
- [0099] 4. 적합한 조합 전극을 갖는 pH-측정기
- [0100] 5. 실린더 유리, 직경 50 ± 1 mm
- [0101] 6. 브룩필드 점도계 타입 LVT 또는 LVF
- [0102] 7. 온도계, 0 - 110°C
- [0103] 8. 부피 플라스크; 250 mL 및 1000 mL
- [0104] 9. 혈청학적(또는 측정 피펫); 10 mL
- [0105] 사용된 화학물질은 소듐 헥사메타포스페이트(식품 등급), 소듐 하이드로젠 카르보네이트(NaHCO_3) p.a., 및 100% 이소프로판올($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$)이었다.
- [0106] 하나의 시약은 다음과 같이 제조된 소듐 헥사메타포스페이트 용액이었다: (i) 2000 mL 비커 중 950 mL 탈이온수에 11.11 g을 분산시키고, 15분 동안 교반하고; (ii) 1000 mL 부피 플라스크에 용액을 정량적으로 옮기고, 탈이온수로 1000 mL까지 채우고; (iii) 15분 동안 교반하였다. 소듐 헥사메타포스페이트가 완전히 용해되지 않으면 새로운 용액을 제조해야 한다. 두 번째 시약은 다음과 같이 제조된 소듐 바이카르보네이트 용액이었다: (i) 탈이온수 중에 84.01 g을 용해시키고, (ii) 탈이온수로 1000 mL까지 채웠다.
- [0107] 절차는 다음과 같았다:
- [0108] 1. 4.00 g의 샘플을 칭량하고, 자기 교반 막대를 함유하는 용기의 무게를 잰 400 mL의 용기의 무게를 잰 비커로 옮겼다.

- [0109] 2. 혈청학적 피펫을 이용하여, 10.0 mL의 이소프로판올을 첨가하여 펙틴을 적셨다. 비커를 자기 교반기 상에 두었다.
- [0110] 3. 교반하면서 펙틴 분산액에 180 mL의 소듐 헥사메타포스페이트 용액을 첨가하였다. 약 700 rpm에서 1시간 동안 교반을 계속하였다.
- [0111] 4. 펙틴 용액에 pH-전극을 두었다. 소듐 바이카르보네이트 용액을 적가하여 3.95-4.05로 pH를 조정하였다.
- [0112] 5. 탈이온수를 첨가하여 펙틴 용액의 순 중량을 200.0 g으로 조정하였다.
- [0113] 6. 펙틴 용액을 실린더 유리로 옮겼다. 적합한 냉각 또는 가열 배스에 용액을 갖는 실린더 유리의 배치에 의해 온도를 25℃로 조정하였다.
- [0114] 7. 60 rpm에서 스핀들 번호 3을 이용하여 브룩필드 점도계 타입 LVT 또는 LVF에서 겔보기 점도를 측정하였다. 60초의 회전 후, 0.5 규모의 정확도로 판독값이 측정되었다.
- [0115] *프로토콜 3: 고유 점도 및 회수의 결정*
- [0116] 약 40 mg의 샘플을 칭량하고, 100 μ L 에탄올에 분산시켰다. 40 mL의 유출액을 첨가하고, 혼합물을 30분 동안 75 \pm 2℃ 블록 히터에서 자기 교반기를 이용하여 교반하였다.
- [0117] FIPA(안전: 0.3 M 리튬아세테이트 완충액)에 대한 10 리터 유출액에 대한 유출액 제조는 다음과 같았다:
- [0118] 1. 약 3 L Milli-Q 물을 5000-mL 눈금 비커에 부었다.
- [0119] 2. 자기 교반 막대를 첨가하고, 자기 교반기 상에 두어 모든 첨가 동안 적합한 볼텍스(vortex)를 생성시켰다.
- [0120] 3. 125.6 g의 리튬 하이드록시드 모노하이드레이트를 칭량 보트(weighing boat)로 칭량하고, 눈금 비커에 정량적으로 옮겼다.
- [0121] 4. 0.20 g의 소듐 아지드를 칭량 보트로 칭량하고, 눈금 비커에 정량적으로 옮겼다.
- [0122] 5. 360.4 g의 빙초산을 500-mL 비커로 칭량하고, 눈금 비커에 정량적으로 옮겼다.
- [0123] 6. 3개 모두의 화학물질이 용해된 경우, Milli-Q 물을 5000 mL로 첨가하고, 5분 동안 교반을 유지시켰다.
- [0124] 7. 내용물을 압력 용기에 부었다.
- [0125] 8. 눈금 비커를 5000 mL Milli-Q 물의 전체 부피로 행구고, 이를 압력 용기로 옮기고, 이에 따라 전체 10 L 유출액을 생성시켰다.
- [0126] 9. 액체를 Sartorius로부터의 Sartopore 2 필터(0.45 + 0.2 μ m)를 갖는 압력 여과 유닛을 이용하여 여과시켰다.
- [0127] 10. 제조 후, 완충액의 pH를 확인하였고, 이는 4.6 \pm 0.1이어야 한다.
- [0128] 샘플을 실온으로 냉각시키기 위해 5분 동안 5℃ 수조로 옮겼고, 샘플은 비-가용성 물질을 함유하므로, 이는 오토샘플러 바이알로 옮기기 전에 수작업으로 용해시키고 여과(0.45 μ m 필터)시켜야 한다. 이후, 샘플의 고유 점도를 크기 배제 크로마토그래피(SEC)를 이용하여 결정하였다. 분자를 4개의 검출기(굴절률 검출기, 직각 레이저 광 산란 검출기, 직각 레이저 광 산란 검출기, 및 점도 검출기)를 통과하는 크로마토그래피 컬럼으로부터의 유출액과 함께 젤 투과 크로마토그래피에 의해 크기에 따라 분리하였다. Viscotek 소프트웨어는 점도 검출기와 굴절률 검출기로부터의 검출기 신호를 고유 점도로 변환시켰다.
- [0129] Viscotek 펌프 VE 1122 용매 전달 시스템이 장착된 Viscotek TDA 302 FIPA 기기를 샘플 제조 모듈을 갖는 Thermo Separation Products Auto sampler AS 3000과 함께 사용하였다. 컬럼은 데이터 수집 및 계산을 위해 OmniSEC 소프트웨어를 갖는 컴퓨터에 연결된 Thermo BioBasis SEC60(150 \times 7.8 mm)을 포함하였다. 오토샘플러에서의 작동 시간을 10분으로 설정하고, 25 μ L 풀 루프(full loop) 주입을 이용하였다. Viscotek TDS 302 FIPA 기기는 샘플에서 가용성 펙틴의 농도를 자동적으로 측정하고, 이에 따라 펙틴의 회수율을 제공한다.
- [0130] *프로토콜 4: 잔여 당 함량의 결정*
- [0131] 10 g의 샘플을 600 mL 유리 비커에서 측정하였다. 200 mL의 50% 이소프로판올을 샘플에 첨가하고, 실온에서 자기 교반기에서 4시간 동안 교반하였다. 혼합물을 여과지를 갖는 진공-구동 부호너 깔때기로 옮기고, 비커를 250

mL의 50% 이소프로판올로 행구어 여과지를 갖는 부흐너 깔때기를 통한 샘플의 전달 및 세척을 보장하였다. 이후, 샘플을 건조 캐비닛에서 65-70℃에서 밤새(최소 12시간) 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플의 중량을 결정하고, 잔여 당을 계산하였다:

$$\text{잔여 당} = \frac{[(\text{건조 샘플의 중량} - \text{건조, 세척된 샘플의 중량}) * 100]}{\text{건조 샘플의 중량}}$$

프로토콜 5: 물 결합 능력의 결정

물 결합 능력을 문헌[Kael Eggie's *Development of an extruded flax-based feed ingredient* (2010)]에 기재된 AAC 56-30.01 방법의 변형된 형태에 의해 측정하였다. 1.0 g의 물질을 50 mL 원심분리 튜브에 첨가하고, 칭량하였다. 탈이온수를 작은 측정되지 않은 증분으로 원심분리 튜브에 첨가하고, 혼합물이 완전히 젖을 때까지 각각의 첨가 후에 교반하였다. 튜브 및 이의 내용물을 불텍싱한 후, 실온에서 10분 동안 3000 rpm에서 원심분리하였다. 상층액을 폐기하고, 상층액이 나타나지 않은 경우, 더 많은 물을 첨가하고, 원심분리를 반복하였다. 튜브 및 용기의 최종 질량을 기록하고, 물 결합 능력(WBC)을 하기 식으로 계산하였다:

$$\text{물 결합 능력} = \frac{(\text{튜브 질량} + \text{침전물 질량}) - (\text{튜브 질량} + \text{샘플 질량})}{\text{샘플 질량}}$$

프로토콜 6: SAG의 결정

본 방법은 감자 매셔(masher) 대신 기계식 교반기의 사용으로 변형되었다는 사실을 별개로 펙틴 표준화에 대한 IFT 위원회의 방법 5-54와 동일하다.

장치는 하기를 포함하였다:

1. 분석 저울
2. 실험실 저울(최대 하중 3 - 5 kg, 정확도 0.2 g)
3. 스테인리스 강철 냄비, 1.5 l, 15 cm 직경
4. 전기 핫플레이트, 15 cm 직경, 1500 W
5. 교반기 모터, 조정 가능한 속도, 500-1000 rpm
6. 교반기 샤프트(HETO, 제품 번호 000240, 도면 번호 0004259)
7. 비커(1000 ml 및 150 ml)
8. 주걱
9. 스톱 워치
10. 온도계, 100℃
11. pH 측정기
12. SAG-유리 및 테이프
13. 릿지리미터(Ridgelimeter)
14. 와이어 치즈 슬라이서
15. 굴절계
16. 인큐베이터

사용된 화학물질은 당, 타르타르산(용액 리터 당 488 g), 및 탈이온수였다.

젤리의 제조는 다음과 같았다:

1. 1000 ml 비커로 650 - (650 / x) g의 당을 칭량하였고, 여기서 x는 샘플의 가정된 견고함이다.
2. 20-30 g의 칭량된 당을 건조 150 ml 비커로 옮기고, 칭량된 샘플을 첨가하였다(젤리에서 사용하기 위한 샘플

의 중량은 650 g/가정 등급으로 표현된다).

- [0159] 3. 주걱으로 교반하면서 비커에서 샘플 및 당을 충분히 혼합하였다.
- [0160] 4. 410 ml의 탈이온수/증류수를 1500 ml의 용기의 무게를 잰 스테인리스 강철 냄비에 붓고, 그 안에 교반기 샤프트를 두었다. 1000 rpm에서 교반하면서 샘플/당 혼합물을 물에 한번에 부었다. 샘플/당 용액을 물에 담그고, 작은 비커 내의 임의의 미량의 샘플/당을 냄비에 옮기는 것을 가능한 신속하게 하는 것이 중요하다.
- [0161] 5. 2분 동안 계속 교반하였다.
- [0162] 6. 2분 후, 냄비를 예열된 전기 핫플레이트에 두고, 500 rpm에서 교반하였다.
- [0163] 7. 내용물이 완전히 회전하면서 비등할 때, 남은 당을 첨가하고, 당이 용해되고 젤리 बै치(batch)의 순 중량이 1015 g이 될때까지 가열 및 교반을 계속하였다. 전기 핫플레이트는 젤리에 대한 전체 가열 시간이 5-8분(완전 부하, 1500 W)이 되도록 설정해야 한다.
- [0164] 8. 실험실 저울에서 1015 g बै치를 칭량한 후, 이를 1분 동안 테이블에 그대로 두었다. 이후, 냄비를 기울여 내용물이 넘쳐 흐르도록 하고, 임의의 거품을 신속히 걷어내었다. बै치에 온도계를 두고, 온도가 정확히 95℃에 도달할 때까지 가볍게 교반을 계속하였다.
- [0165] 9. 1.75-2.25 ml의 타르타르산 용액을 각각 함유하고, 가장자리 약 1 cm 위까지 채우는 것을 가능하게 하는 접착 테이트가 장착된 2개의 미리 제조된 SAG 유리에 बै치를 신속히 부었다.
- [0166] 10. 15분 후, 뚜껑으로 유리를 덮고, 온도가 30-35℃에 도달하는 경우, 유리를 20-24시간 동안 25±3℃의 인큐베이터에 두었다.
- [0167] 젤리의 특성을 다음과 같이 측정하였다:
- [0168] 1. 젤리의 20-24시간 저장 후, 유리로부터 뚜껑을 제거하고, 테이프를 제거하였다. 와이어 치즈 슬라이서를 이용하여, 상부층을 절단하고, 폐기하였다.
- [0169] 2. 이후, 유리의 젤리를 릿지리미터(Ridgelimeter)가 제공된 정사각형 유리판 상에 뒤집힌 위치로 조심스럽게 돌려 놓았다.
- [0170] 3. 젤리가 유리판 상에 닿으면 스톱 위치를 시작하였다. 젤리가 한쪽으로 약간 기울어진 경우, 유리판을 다른 방향으로 가볍게 기울여서 이를 교정하였다.
- [0171] 4. 젤리가 마이크로미터 나사 아래에 중앙에 놓이도록 릿지리미터를 기준으로 플레이트 및 젤리를 조심스럽게 놓은 다음 젤리의 표면 근처에서 나사로 고정하였다.
- [0172] 5. 스톱 위치가 시작된 지 2분 후, 마이크로미터 나사의 포인트가 젤리 표면과 접촉하도록 하고, 릿지리미터 판독값을 0.1에 가장 근접하게 기록하였다.
- [0173] 6. pH를 측정하였고, 이는 2.2 내지 2.4여야 한다. 그렇지 않은 경우, 샘플은 다시 시험되어야 한다.
- [0174] 샘플의 젤리 등급은 다음과 같이 계산된다:
- [0175] 1. 릿지리미터 보정 표를 이용하여, 릿지리미터 판독값을 인자 1로 변환시켰다(도 1 참조).
- [0176] 2. 가용성 고체 교정 표를 이용하여, 측정된 가용성 고체를 인자 2로 변환시켰다(도 2 참조).
- [0177] 3. 가정된 시험 등급과 교정 인자를 곱하는 경우, 다음 식을 이용하여 실제 등급이 획득된다:
- [0178] 가정된 등급 x 인자 1 x 인자 2 = 실제 등급

[0179] 표 3

밋지리미터 판독값 퍼센트 SAG	인자 1	밋지리미터 판독값 퍼센트 SAG	인자 1	밋지리미터 판독값 퍼센트 SAG	인자 1
19.0	1.200	22.0	1.067	25.0	0.936
19.1	1.195	22.1	1.062	25.1	0.933
19.2	1.190	22.2	1.057	25.2	0.928
19.3	1.186	22.3	1.054	25.3	0.925
19.4	1.182	22.4	1.048	25.4	0.921
19.5	1.177	22.5	1.044	25.5	0.917
19.6	1.173	22.6	1.040	25.6	0.913
19.7	1.168	22.7	1.035	25.7	0.910
19.8	1.163	22.8	1.031	25.8	0.906
19.9	1.158	22.9	1.027	25.9	0.902
20.0	1.155	23.0	1.022	26.0	0.898
20.1	1.150	23.1	1.018	26.1	0.895
20.2	1.146	23.2	1.013	26.2	0.892
20.3	1.142	23.3	1.009	26.3	0.888
20.4	1.137	23.4	1.005	26.4	0.885
20.5	1.133	23.5	1.000	26.5	0.881
20.6	1.128	23.6	0.997	26.6	0.878
20.7	1.124	23.7	0.992	26.7	0.875
20.8	1.120	23.8	0.987	26.8	0.872
20.9	1.115	23.9	0.983	26.9	0.868
21.0	1.110	24.0	0.978	27.0	0.864
21.1	1.107	24.1	0.974	27.1	0.862
21.2	1.102	24.2	0.969	27.2	0.859
21.3	1.097	24.3	0.965	27.3	0.856
21.4	1.093	24.4	0.960	27.4	0.853
21.5	1.088	24.5	0.957	27.5	0.850
21.6	1.084	24.6	0.953	27.6	0.847
21.7	1.080	24.7	0.948	27.7	0.844
21.8	1.076	24.8	0.944	27.8	0.842
21.9	1.072	24.9	0.940	27.9	0.838

[0180]

[0181] 표 4

"교환된" SAG 분석을 위해 계산된 상관관계 값	
퍼센트 SS	교정 인자 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

[0182]

[0183] 실시예 1

[0184] 신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척한 후, 손으로 가압한 후, 두 번째 연속 세척/가압하여 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시켰다. 이후, 건조된 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 샘플 1, 2, 3 및 4의 4개의 샘플로 나누었다.

[0185] 샘플 1(활성화/기계적 에너지 없음): 2,500 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 기계적 에너지에 적용하지 않고 1시간 동안 60℃에서 상기 물질과 알콜 및 산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다. 사용된 산의 양은 건조 껍질 추출에 사용된 산의 양(0.1 mL 산/껍질 그램)에 상응하도록 선택하였다: 2500 그램 건조 껍질, 250 mL 62% 질산; 20 L 60% 이소프로필 알콜. 통상적으로, 즉, 기계적 에너지 없이 활성화시킨 후, 샘플을 25℃로 냉각시키고, 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 100 L 60% 이소프로필 알콜로 세척한 후, 10시간 동안 65℃에서 가열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 체분화시켰다.

[0186] 샘플 2(활성화/기계적 에너지): 1,000 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 10,800 킬로줄의 기계적 에너지 하에서 1시간 동안 70℃에서 상기 물질과 알콜 및 산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다. 사용된 산의 양은 건조 껍질 추출에 사용된 산의 양(0.1 mL 산/껍질 그램)에 상응하도록 선택하였다:

1000 그램 건조 껍질, 100 mL 62% 질산; 30 L 60% 이소프로필 알콜.

- [0187] 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 50 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6" 외부 직경; 1 1/2"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 용기(KOFA ApS, 부피 25 L)로부터 용기로 다시 5,200 L/hr로 연속적으로 재순환시켰다.
- [0188] 기계적 에너지 하에서 활성화시킨 후, 샘플 혼합물을 15℃로 냉각시킨 후, 빈센트 프레스(모델 CP-4)를 이용하여 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 통상적으로 2회 세척하였고, 여기서 각각의 세척은 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 3.5로 조정하면서 30 L 60% 이소프로필 알콜에서 5분 동안 수행하였다. 이후, 세척된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.
- [0189] 샘플 3(비활성화/기계적 에너지 없음): 30 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.
- [0190] 샘플 4(비활성화/기계적 에너지): 30 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 3 L의 탈이온수에 현탁시킨 후, 샘플 2의 것과 동등한 기계적 에너지를 제공하기 위해 300 bar에서 2회 균질화기(APV Rannie 1000 균질화기, 타입 12.50, reg.no. 113, Copenhagen Denmark)를 통해 통과시켰다. 균질화된 샘플을 6 L 100% 이소프로판올과 혼합한 후, 60 μ 나일론 천에서 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시킨 후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.
- [0191] 건조된 전통적인 물 세척된 오렌지 껍질을 획득하였고, 샘플 5, 6, 7 및 8의 4개의 샘플로 나누었다.
- [0192] 샘플 5(활성화/기계적 에너지 없음): 500 그램(건조 물질)의 물 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 기계적 에너지에 적용하지 않고 2시간 동안 65℃에서 상기 물질과 15 L의 60% 에탄올 및 50 mL의 62% 질산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다. 통상적으로, 즉, 기계적 에너지 없이 활성화시킨 후, 샘플을 25℃로 냉각시킨 후, 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 10% 소듐 카르보네이트로 pH를 4.0으로 조정하면서 15 L 60% 에탄올로 세척한 후, 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.
- [0193] 샘플 6(활성화/기계적 에너지): 1,000 그램(건조 물질)의 물 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 10,800 킬로줄의 기계적 에너지 하에서 1시간 동안 70℃에서 상기 물질과 30 L의 60% 에탄올 및 100 mL의 62% 질산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다.
- [0194] 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 50 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6" 외부 직경; 1 1/2"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 용기(KOFA ApS, 부피 25 L)로부터 용기로 다시 5,200 L/hr로 연속적으로 재순환시켰다.
- [0195] 기계적 에너지 하에서 활성화시킨 후, 샘플 혼합물을 15℃로 냉각시킨 후, 빈센트 프레스(모델 CP-4)를 이용하여 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 4.0으로 조정하면서 30 L 60% 에탄올에서 5분 동안 통상적으로 세척하였다. 이후, 세척된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.
- [0196] 샘플 7(비활성화/기계적 에너지 없음): 30 그램(건조 물질)의 물 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.
- [0197] 샘플 8(비활성화/기계적 에너지): 30 그램(건조 물질)의 물 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 3 L의 탈이온수에 현탁시킨 후, 샘플 2에서와 같은 동등한 기계적 에너지를 샘플에 제공하기 위해 300 bar에서 2회 균질화기(APV Rannie 1000 균질화기, 타입 12.50, reg.no. 113, Copenhagen Denmark)를 통해 통과시켰다. 균질화된 샘플을 6 L 100% 이소프로판올과 혼합한 후, 60 μ 나일론 천에서 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시킨 후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.
- [0198] 회수(샘플 내에서의 가용성 펙틴의 %), 고유 점도(샘플로부터 추출된 펙틴의 고유 점도), 잔여 당 함량(샘플의 중량%), 샘플 내의 펙틴의 에스테르화 정도(DE), 샘플의 갈락투론산 정도(GA), pH 4에서 2% 용액/분산액 내에서의 샘플의 겔보기 점도(VIS), 및 샘플의 물 결합 능력(물 그램/건조 물질 그램)을 측정하였고, 코일 중첩 파라

미터를 계산하였다. 결과는 하기 표에 요약되어 있다.

표 5

샘플	활성화	ME	회수 (%)	IV (dL/g)	코일 중 점 (dL/g)	잔여 당 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	물 결합 (g/g)
1	있음	없음	34	10	3.40	2.3	72.8	49.8	1020	n/a
2	있음	있음	38.4	9.1	3.49	2.6	73.4	48.8	1810	15
3	없음	없음	18.4	9.8	1.80	12.2	74.6	44	240	13.9
4	없음	있음	22.8	7.6	1.73	12.2	74.6	44	270	22.6
5	있음	없음	19.5	10	1.95	0.97	67.6	45	90	NA
6	있음	있음	39.4	7.7	3.03	0.7	67.4	49.4	1188	18.3
7	없음	없음	19.9	7	1.39	13.5	67.5	42.6	54	9.6
8	없음	있음	23.2	6	1.39	13.5	67.5	42.6	92	12.6

표 5에 예시된 바와 같이, 기계적 에너지 하에서 활성화된 알콜 세척된 샘플은 기계적 에너지 하에 있지 않고 활성화된 동등한 샘플보다 높은 겔보기 점도를 갖는다. 실제로, 기계적 에너지를 겪은 모든 샘플은 기계적 에너지를 겪지 않은 동등한 것의 겔보기 점도보다 큰 겔보기 점도를 가졌다.

추가로 예시된 바와 같이, 기계적 에너지에 적용된 샘플은 또한 더 큰 펙틴 회수를 갖는다. 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 건조 물질 kg 당 1,200 킬로줄 초과와 기계적 에너지에 노출시키는 것이 활성화 용액의 분리, 및 또한 이로부터의 펙틴의 추출을 더 어렵게 만드는 형태로 물질을 파괴하거나 붕괴시키고, 따라서 펙틴 수율을 바람직하지 않게 감소시킬 것이라고 통상적으로 생각되었으므로 상기 결과는 놀랍다.

샘플 2의 코일 중점 파라미터는 알콜 세척되고 이후에 기계적 에너지 하에서 활성화되는 펙틴 함유 조성물이 가장 큰 바람직한 기능성을 갖는 것을 나타낸다.

실시예 2

신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척한 후, 손으로 가압한 후, 두 번째 연속 세척/가압하여 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시켰다. 이후, 건조된 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 샘플 1 및 2의 2개의 샘플로 나누었다.

샘플 1(알콜 세척/활성화): 1,000 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 10,800 킬로줄의 기계적 에너지 하에서 1시간 동안 70℃에서 상기 물질과 알콜 및 산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다. 사용된 산의 양은 건조 껍질 추출에 사용된 산의 양(0.1 mL 산/껍질 그램)에 상응하도록 선택하였다: 1000 그램 건조 껍질, 100 mL 62% 질산; 30 L 60% 이소프로필 알콜.

샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 50 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6" 외부 직경; 1 1/2"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 용기(KOFA ApS, 부피 25 L)로부터 용기로 다시 5,200 L/hr로 연속적으로 재순환시켰다.

기계적 에너지 하에서 활성화시킨 후, 샘플 혼합물을 15℃로 냉각시킨 후, 빈센트 프레스(모델 CP-4)를 이용하여 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 통상적으로 2회 세척하였고, 여기서 각각의 세척은 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 3.5로 조정하면서 30 L 60% 이소프로필 알콜에서 5분 동안 수행하였다. 이후, 세척된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 계분화시켰다.

샘플 2(알콜 세척/활성화): 샘플 2가 40℃의 온도에서 활성화된 것을 제외하고는 샘플 2를 샘플 1과 유사하게 제조하였다.

- [0210] 건조된 통상적인 물 세척된 오렌지 껍질을 획득하고 샘플 3 및 4의 2개의 샘플로 나누었다.
- [0211] 샘플 3(물 세척/활성화): 1,000 그램(건조 물질)의 물 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 10,800 킬로줄의 기계적 에너지 하에서 1시간 동안 70℃에서 상기 물질과 30 L의 60% 에탄올 및 100 mL의 62% 질산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다.
- [0212] 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 50 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6" 외부 직경; 1 1/2"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 용기(KOFA ApS, 부피 25 L)로부터 용기로 다시 5,200 L/hr로 연속적으로 재순환시켰다.
- [0213] 기계적 에너지 하에서 활성화시킨 후, 샘플 혼합물을 15℃로 냉각시킨 후, 빈센트 프레스(모델 CP-4)를 이용하여 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 4.0으로 조정하면서 30 L 60% 에탄올에서 5분 동안 통상적으로 세척하였다. 이후, 세척된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 체분화시켰다.
- [0214] 샘플 4(물 세척/활성화): 샘플 4가 40℃의 온도에서 활성화된 것을 제외하고는 샘플 4를 샘플 3과 유사하게 제조하였다.
- [0215] 회수(샘플 내에서의 가용성 펙틴의 %), 고유 점도(샘플로부터 추출된 펙틴의 고유 점도), 잔여 당 함량(샘플의 중량%), 샘플 내의 펙틴의 에스테르화 정도(DE), 샘플의 갈락투론산 정도(GA), 겔보기 점도(용해되거나 분산된 샘플을 갖는 용액의 겔보기 점도), 및 샘플의 물 결합 능력(물 그램/고체 물질 그램)을 측정하였고, 코일 중첩 파라미터를 계산하였다. 결과는 하기 표에 요약되어 있다.

[0216] 표 6

샘플	회수 (%)	IV (dL/g)	코일 중첩 (dL/g)	잔여 당 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa-s)	물 결합 (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

- [0217]
- [0218] 샘플은 40℃에서 처리된 것보다 70℃에서 기계적 처리를 겪은 샘플에서 기능적 특성 겔보기 점도가 훨씬 높은 것을 나타낸다. 이는 40℃보다 큰 온도에서 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 처리하는 것이 40℃보다 낮은 온도에서 처리된 물질에 비해 더 큰 기능성을 갖는 물질을 발생시키는 것을 나타낸다.

[0219] 실시예 3

- [0220] 신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척한 후, 손으로 가압한 후, 두 번째 연속 세척/가압한 후, 건조시켜, 건조된 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시켰다. 이후, 건조된 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 샘플 1 및 2의 2개의 샘플로 나누었다.
- [0221] 샘플 1(건조/기계적 에너지 없음): 2,500 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 기계적 에너지에 적용하지 않고 1시간 동안 70℃에서 상기 물질과 알콜 및 산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다. 사용된 산의 양은 건조 껍질 추출에 사용된 산의 양(0.1 mL 산/껍질 그램)에 상응하도록 선택하였다: 2500 그램 건조 껍질, 250 mL 62% 질산; 20 L 60% 이소프로필 알콜. 통상적으로, 즉, 기계적 에너지 없이 활성화시킨 후, 샘플을 25℃로 냉각시키고, 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 100 L 60% 이소프로필 알콜로 세척한 후, 10시간 동안 65℃에서 가열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 체분화시켰다.
- [0222] 샘플 2(건조/기계적 에너지): 1,000 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 10,800 킬로줄의 기계적 에너지 하에서 1시간 동안 70℃에서 상기 물질과 알콜 및 산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다. 사용된 산의 양은 건조 껍질 추출에 사용된 산의 양(0.1 mL 산/껍질 그램)에 상응하도록 선택하였다: 1000 그램 건조 껍질, 100 mL 62% 질산; 30 L 60% 이소프로필 알콜.
- [0223] 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼

합물을 50 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6" 외부 직경; 1 1/2"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 용기(KOFA ApS, 부피 25 L)로부터 용기로 다시 5,200 L/hr로 연속적으로 재순환시켰다.

[0224] 기계적 에너지 하에서 활성화시킨 후, 샘플 혼합물을 15℃로 냉각시킨 후, 빈센트 프레스(모델 CP-4)를 이용하여 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 통상적으로 2회 세척하였고, 여기서 각각의 세척은 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 3.5로 조정하면서 30 L 60% 이소프로필 알콜에서 5분 동안 수행하였다. 이후, 세척된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 체분화시켰다.

[0225] 신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척하여 습윤의 가압된 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시켰다.

[0226] 샘플 3(습윤/기계적 에너지): 950 그램(건조 물질)의 습윤의 가압된 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 10,800 킬로줄의 기계적 에너지 하에서 1시간 동안 70℃에서 상기 물질과 알콜 및 산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다. 사용된 산의 양은 건조 껍질 추출에 사용된 산의 양(0.1 mL 산/껍질 그램)에 상응하도록 선택하였다: 1000 그램 건조 껍질, 100 mL 62% 질산; 30 L 60% 이소프로필 알콜.

[0227] 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 50 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6"의 6" 외부 직경; 1 1/2"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 25 L 스테인리스 강철 용기(진탕 없음)로부터 용기로 다시 5,200 L/hr로 연속적으로 재순환시켰다.

[0228] 기계적 에너지 하에서 활성화시킨 후, 샘플 혼합물을 15℃로 냉각시킨 후, 빈센트 프레스(모델 CP-4)를 이용하여 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 통상적으로 2회 세척하였고, 여기서 각각의 세척은 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 3.5로 조정하면서 30 L 60% 이소프로필 알콜에서 5분 동안 수행하였다. 이후, 세척된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 체분화시켰다.

[0229] 회수(샘플 내에서의 가용성 펙틴의 %), 고유 점도(샘플로부터 추출된 펙틴의 고유 점도), 잔여 당 함량(샘플의 중량%), 샘플 내의 펙틴의 에스테르화 정도(DE), 샘플의 갈락투론산 정도(GA), 겔보기 점도(용해되거나 분산된 샘플을 갖는 용액의 겔보기 점도), 및 샘플의 물 결합 능력(물 그램/고체 물질 그램)을 측정하였고, 코일 중첩 파라미터를 계산하였다. 결과는 하기 표에 요약되어 있다.

[0230] 표 7

샘플	회수 (%)	IV (dL/g)	코일 중첩 (dL/g)	잔여 당 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	물 결합 (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

[0231] 표 7에 예시된 바와 같이, 기능적 특성의 겔보기 점도는 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이 세척되었으나 이후에 건조되지 않은 샘플에서 훨씬 더 높다. 이는 특정 경우에 활성화(시작 펙틴 함유 바이오매스 물질과 활성화 용액을 접촉시키고, 혼합물을 기계적 에너지에 적용함) 전에 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 건조시키는 것을 피하는 것이 바람직할 수 있음을 나타낸다. 또한, 표에 예시된 바와 같이, 기능적 특성의 SAG는 기능적 특성의 점도와 동일한 패턴을 따른다.

[0233] 실시예 4

[0234] 신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척한 후, 손으로 가압한 후, 두 번째 연속 세척/가압하여 알콜 세척되고 건조된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시켰다.

[0235] 샘플 1: 1,000 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 10,800 킬로줄의 기계적 에너지 하에서 1시간 동안 70℃에서 상기 물질과 알콜 및 산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다. 사용된 산의 양은 건조 껍질 추출에 사용된 산의 양(0.1 mL 산/껍질 그램)에 상응하도록 선택하였다: 1000 그램 건조 껍질, 100 mL

62% 질산; 30 L 60% 이소프로필 알콜.

[0236] 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 50 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6" 외부 직경; 1 1/2"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 용기(KOFA ApS, 부피 25 L)로부터 용기로 다시 5,200 L/hr로 연속적으로 재순환시켰다.

[0237] 기계적 에너지 하에서 활성화시킨 후, 샘플 혼합물을 15℃로 냉각시킨 후, 빈센트 프레스(모델 CP-4)를 이용하여 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 통상적으로 2회 세척하였고, 여기서 각각의 세척은 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 3.5로 조정하면서 30 L 60% 이소프로필 알콜에서 5분 동안 수행하였다. 이후, 세척된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 제분화시킨 후, 모든 샘플이 동일한 메쉬 크기를 갖도록 하기 위해 100 마이크론 스크린에서 체질하였다.

[0238] 샘플 2: 신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척한 후, 손으로 가압한 후, 두 번째 연속 세척/가압하여 습윤의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시켰다.

[0239] 950 그램(건조 물질)의 습윤의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 10,800 킬로줄의 기계적 에너지 하에서 1시간 동안 70℃에서 상기 물질과 알콜 및 산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다. 사용된 산의 양은 건조 껍질 추출에 사용된 산의 양(0.1 mL 산/껍질 그램)에 상응하도록 선택하였다: 1000 그램 건조 껍질, 100 mL 62% 질산; 30 L 60% 이소프로필 알콜.

[0240] 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 50 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6"의 6" 외부 직경; 1 1/2"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 25 L 스테인리스 강철 용기(진탕 없음)로부터 용기로 다시 5,200 L/hr로 연속적으로 재순환시켰다.

[0241] 기계적 에너지 하에서 활성화시킨 후, 샘플 혼합물을 15℃로 냉각시킨 후, 빈센트 프레스(모델 CP-4)를 이용하여 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 통상적으로 2회 세척하였고, 여기서 각각의 세척은 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 3.5로 조정하면서 30 L 60% 이소프로필 알콜에서 5분 동안 수행하였다. 이후, 세척된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 제분화시킨 후, 모든 샘플이 동일한 메쉬 크기를 갖도록 하기 위해 100 마이크론 스크린에서 체질하였다.

[0242] 100 마이크론 체에서 모두 체질된 4개의 비교 샘플을 또한 획득하였다. 이들 비교 샘플은 하기 표에 나타난 바와 같이 상업적인 감귤 섬유 제품이었다:

[0243] 표 8

상업 샘플	상업명	상업적 배치 번호
c1	CitriFi 100M40	R13162M40
c2	Herbacel AQ Plus citrus	31210020
c3	FiberGel Citrus 5100	510015M21A
c4	Ceamfibre 7000	PT52825

[0244]

[0245] 회수(샘플 내에서의 가용성 펙틴의 %), 고유 점도(샘플로부터 추출된 펙틴의 고유 점도), 잔여 당 함량(샘플의 중량%), 샘플 내의 펙틴의 에스테르화 정도(DE), 샘플의 갈락투론산 정도(GA), 겔보기 점도(용해되거나 분산된 샘플을 갖는 용액의 겔보기 점도), 샘플의 물 결합 능력(물 그램/고체 물질 그램), 및 샘플의 SAG를 측정하였고, 코일 중첩 파라미터를 계산하였다. 결과는 하기 표에 요약되어 있다.

[0246] 표 9

샘플	회수 (%)	IV (dL/g)	코일 중첩 (dL/g)	잔여 당 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa-s)	물 결합 (g/g)	SAG
1	37.2	7.2	2.68	3.7	73.3	49.9	558	18.2	101
2	43.8	7.5	3.29	2.8	73.1	51.1	1266	24.6	128
C1	18.2	6.1	1.11	21.1	67.6	44.3	56	13.1	<<60
C2	10.3	3.4	0.35	1.9	60.9	22.5	180	16.5	젤 없음
C3	20.9	2.7	0.56	39.6	6.6	43.8	10	8.1	젤 없음
C4	0.6	2.2	0.01	N/A	19	3.5	4	7.1	젤 없음

[0247]

[0248]

표 9에 예시된 바와 같이, 비교 샘플 중 어느 것도 더 큰 코일 중첩 파라미터를 갖지 않고, 따라서 샘플 1-2와 비교하여 낮은 기능성을 갖는다. 또한, 샘플 1-2는 더 큰 겔보기 점도 및 물 결합 능력을 가질 뿐만 아니라 비교 샘플과 달리 젤화 능력을 갖는다. 이들 결과는 통상적인 펙틴 함유 바이오매스 조성물과 비교하여 본 발명의 개시의 예시적 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 기능적 우수성을 나타낸다.

[0249]

실시예 5

[0250]

신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척한 후, 손으로 가압한 후, 두 번째 연속 세척/가압한 후, 10시간 동안 65°C에서 건조시켜, 건조된 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질(5-10% 잔여 수분)을 형성시켰다.

[0251]

신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척한 후, 손으로 가압한 후, 두 번째 연속 세척/가압하여 습윤의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질(35-45% 건조 물질)을 형성시켰다.

[0252]

전처리된 샘플(샘플 1-4): 각각의 샘플에 대해, 1,000 그램(건조 물질)의 건조된 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질 및 활성화 용액(100 mL의 62% 질산: 30 L 60% 알콜)의 혼합물을 실온에서 Boston Shear Mill(BSM)(15 HP(11 kW)의 모터 크기 및 1"(25 mm)의 출구 직경을 갖는 모델 BSM-25)을 통해 1회 통과시켜 전처리를 수행하였다. 이후, 각각의 샘플에 대한 전처리된 혼합물을 추가로 처리하였다. Boston Shear Mill에 의해 샘플 1, 2, 3 및 4에 부여된 기계적 에너지의 양을 BSM의 효과 및 샘플 처리까지의 시간으로부터 계산하였다. 샘플 1 및 2에 대해, BSM을 통해 33리터를 처리하는 시간은 125초였고; 샘플에 첨가된 에너지는 11 kW * 125초, 또는 1380 킬로줄이었다. 샘플 3 및 4에 대해, 흐름은 더 높았고, 처리 시간은 단지 63초였으므로, 첨가된 에너지는 690 킬로줄(건조 물질 kg 당)이었다.

[0253]

샘플 2 및 샘플 4: 각각의 샘플에 대해, 전처리된 혼합물을 폐쇄된 플라스틱 백으로 옮기고, 기계적 입력 없이 3-4시간 동안 65°C에서 두었다. 이후, 샘플을 배수시키고, pH 4의 20 L 80% 이소프로필 알콜에서 세척하였다. 이후, 샘플을 배수시키고, 가압하고, 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.

[0254]

샘플 1 및 샘플 3: 각각의 샘플에 대해, 전처리된 혼합물(물질, 알콜 및 산)을 이네이터(inator) 시스템에서 추가로 처리하였다. 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 가열(15분) 및 냉각(15분)을 포함하는 50분(3000초)의 기간 동안 10 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 65°C의 온도로 유지되는 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6"의 6" 외부 직경; 1½"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 25 L 스테인리스 강철 용기(진탕 없음)로부터 용기로 다시 약 1,000 L/hr로 연속적으로 재순환시켰다.

[0255]

펌프 모터는 50 Hz에서 2 kW이고, 10 Hz에서 효과는 단지 0.4 kW이고, 샘플 1 및 3에 부여된 에너지는 0.4 kW * 3000초, 또는 1200 킬로줄(건조 물질 kg 당)이었다.

[0256]

기계적 에너지 하에서 활성화시킨 후, 샘플 혼합물을 15°C로 냉각시킨 후, 빈센트 프레스(모델 CP-4)를 이용하여 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 통상적으로 2회 세척하였고, 여기서 각각의 세척은 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 4로 조정하면서 30 L 60% 이소프로필 알콜에서 5분 동안 수행하였다. 이후, 세척된 샘플을 10 시간 동안 65°C에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 제분화시킨 후, 250 마이크론 스크린에서

체질하였다.

[0257] 전처리되지 않은 샘플: 각각의 샘플에 대해, 1,000 그램(건조 물질)의 세척된 건조된 알콜 및 활성화 용액(100 mL의 62% 질산: 30 L 60% 알콜)의 혼합물을 이네이터에서 처리하였다. 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 상이한 기간 동안 상이한 주파수(Hz)에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 65℃의 온도로 유지되는 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6"의 6" 외부 직경; 1½"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 25 L 스테인리스 강철 용기(진탕 없음)로부터 용기로 다시 약 1,000 L/hr로 연속적으로 재순환시켰다.

[0258] 기계적 에너지 하에서 활성화시킨 후, 샘플 혼합물을 15℃로 냉각시킨 후, 빈센트 프레스(모델 CP-4)를 이용하여 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 통상적으로 2회 세척하였고, 여기서 각각의 세척은 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 4로 조정하면서 30 L 60% 이소프로필 알콜에서 5분 동안 수행하였다. 이후, 세척된 샘플을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 제분화시킨 후, 250 마이크론 스크린에서 체질하였다.

[0259] 전처리되지 않은 샘플에 대한 처리 파라미터가 하기 표에 요약되어 있다:

[0260] 표 10

샘플	로브 펌프 속도 및 해당 효과	가열 및 냉각을 포함하는 시간(분)
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

[0261]

[0262] 샘플 8: 1,000(건조 물질)의 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 기계적 에너지에 적용하지 않고 3-4시간 동안 65℃에서 상기 물질과 알콜 및 산을 접촉시킴으로써 활성화시켰다. 사용된 산의 양은 건조 껍질 추출에 사용된 산의 양(0.1 mL 산/껍질 그램)에 상응하도록 선택하였다: 1,000 그램 건조 껍질, 100 mL 62 질산; 30 L 60% 이소프로필 알콜.

[0263] 통상적으로, 즉, 기계적 에너지 없이 활성화시킨 후, 샘플을 25℃로 냉각시킨 후, 배수시켰다. 이후, 배수된 샘플을 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 4.0으로 조정하면서 30 L 80% 이소프로판올에서 30분 동안 통상적으로 세척하였다. 이후, 세척된 껍질을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.

[0264] 각각의 샘플에 부여된 기계적 에너지의 전체량은 하기 표에 요약되어 있다:

[0265] 표 11

샘플	BSM 에너지 (kJ)	이네이터 에너지* (kJ)	전체 에너지** (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

*이네이터 에너지를 펌프의 효과 및 작동 시간에 의해 계산하였다.

**전체 에너지는 BSM 에너지와 이네이터 에너지의 합이다.

[0266]

[0267] 회수(샘플 내에서의 가용성 펙틴의 %), 고유 점도(샘플로부터 추출된 펙틴의 고유 점도), 샘플 내의 펙틴의 에스테르화 정도(DE), 겔보기 점도(용해되거나 분산된 샘플을 갖는 용액의 겔보기 점도), 및 샘플의 물 결합 능력(물 그램/고체 물질 그램)을 측정하였고, 코일 중첩 파라미터를 계산하였다. 결과는 하기 표에 요약되어 있다.

[0268] 표 12

샘플	회수(%)	IV (dL/g)	코일 중첩 (dL/g)	DE (%)	VIS (mPa·s)	물 결합 (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

[0269]

[0270] 표에 예시된 바와 같이, 샘플에 부여된 기계적 에너지의 양이 건조 물질 kg 당 1,500 킬로줄을 초과하는 경우, 코일 중첩 파라미터는 2보다 크고, 따라서 500 mPa·s 이상의 겔보기 점도를 갖는다.

[0271] 실시예 6

[0272] 신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척한 후, 손으로 가압한 후, 두 번째 연속 세척/가압하여 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시켰다.

[0273] 샘플 1-3(이네이터에서 가열): 각각의 샘플에 대해, 1,000 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 가압된 껍질 및 활성

화 용액(100 mL의 62% 질산: 30 L 60% 알콜)의 혼합물을 이네이터에서 처리하였다.

[0274] 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 가열 및 냉각을 포함하는 50분(3000초)의 기간 동안 40 Hz(샘플 1); 가열 및 냉각을 포함하는 90분(5400초)의 기간 동안 40 Hz(샘플 2); 및 가열 및 냉각을 포함하는 50분(3000초)의 기간 동안 50 Hz(샘플 3)에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 70℃의 온도로 유지되는 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6"의 6" 외부 직경; 1½"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 25 L 스테인리스 강철 용기(진탕 없음)로부터 용기로 다시 연속적으로 재순환시켰다.

[0275] 이후, 배수된 샘플을 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 4.0으로 조정하면서 30 L 80% 이소프로판올에서 30분 동안 통상적으로 세척하였다. 이후, 세척된 껍질을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.

[0276] 샘플 4-9(이네이터 후에 가열): 각각의 샘플에 대해, 1,000 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 가압된 껍질 및 활성화 용액(100 mL의 62% 질산: 30 L 60% 알콜)의 혼합물을 샘플 1-3에 기재된 바와 같이 이네이터에서 처리하였으나, 상기 공정을 25℃에서 수행하였고, 펌프는 50 Hz에서 작동하였다. 샘플 4-6을 모두 20분(1200초)의 기간 동안 처리하였고, 샘플 7-9를 60분(3600초)의 기간 동안 처리하였다. 이네이터 처리 후, 혼합물을 껍질 및 활성화 용액으로 분리하였다. 활성화 용액을 교반 용기에서 70℃로 가열하고, 껍질을 용기에 첨가하였다. 70℃에서의 가열 시간은 5분(샘플 4), 20분(샘플 5) 및 60분(샘플 6), 5분(샘플 7), 20분(샘플 8), 및 60분(샘플 9)이었다.

[0277] 이후, 배수된 샘플을 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 4.0으로 조정하면서 30 L 80% 이소프로판올에서 30분 동안 통상적으로 세척하였다. 이후, 세척된 껍질을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 제분화시켰다.

[0278] 회수(샘플 내에서의 가용성 펙틴의 %), 고유 점도(샘플로부터 추출된 펙틴의 고유 점도), 샘플 내의 펙틴의 에스테르화 정도(DE), 겔보기 점도(용해되거나 분산된 샘플을 갖는 용액의 겔보기 점도), 및 샘플의 물 결합 능력(물 그램/고체 물질 그램)을 측정하였고, 코일 중첩 파라미터를 계산하였다. 결과는 하기 표에 요약되어 있다.

[0279] 표 13

샘플	회수 (%)	IV (dL/g)	코일 중첩 (dL/g)	DE (%)	물 결합 (g/g)
1	32.42	8.82	2.86	70.2	17.8
2	38.06	8.23	3.13	69.3	20.3
3	33.84	8.72	2.95	69.4	18.2
4	26.23	10.43	2.74	70.6	17.1
5	29.79	9.46	2.82	69.5	18.1
6	38.25	8.24	3.15	70	21.3
7	27.79	8.77	2.44	67.6	18.4
8	31.81	8.91	2.83	70.5	16.6
9	30.97	9.17	2.84	70.5	15.8

[0280]

[0281] 상기 표에 예시된 바와 같이, 생성된 활성화 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 기능성은 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질과 활성화 용액의 혼합물이 이러한 혼합물이 기계적 에너지에 적용되는 동안 또는 적용 후에 가열되는지의 여부에 의해 반드시 영향을 받는 것은 아니다. 따라서, 적합한 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 혼합물이 가열될 때, 즉, 기계적 에너지 처리 동안 또는 후와 관계 없이 제공될 수 있다.

[0282] 실시예 7

[0283] 신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척한 후, 손으로 가압한 후, 두 번째 연속 세척/가압한 후, 건조시켜, 건조된 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시켰

다.

[0284] 각각의 샘플에 대해, 1,000 그램(95% 건조 물질)의 알콜 세척된 건조된 껍질 및 활성화 용액(150 mL의 62% 질산: 30 L 60% 알콜)의 혼합물을 이네이터에서 처리하였다.

[0285] 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 30분의 기간 동안 50 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 55℃(샘플 1), 65℃(샘플 2) 또는 75℃(샘플 3)의 온도로 유지되는 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6"의 6" 외부 직경; 1½"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 25 L 스테인리스 강철 용기(진탕 없음)로부터 용기로 다시 연속적으로 재순환시켰다.

[0286] 이후, 배수된 샘플을 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 4.0으로 조정하면서 30 L 80% 이소프로판올에서 30분 동안 통상적으로 세척하였다. 이후, 세척된 껍질을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 체분화시켰다.

[0287] 회수(샘플 내에서의 가용성 펙틴의 %), 고유 점도(샘플로부터 추출된 펙틴의 고유 점도), 샘플 내의 펙틴의 에스테르화 정도(DE), 겔보기 점도(용해되거나 분산된 샘플을 갖는 용액의 겔보기 점도), 및 샘플의 물 결합 능력(물 그램/고체 물질 그램)을 측정하였고, 코일 중첩 파라미터를 계산하였다. 결과는 하기 표에 요약되어 있다.

[0288] 표 14

샘플	IV(dL/g)	회수 (%)	코일 중첩 (dL/g)	DE (%)	VIS (mPa-s)	물 결합 (g/g)
1	7.1	30.4	2.16	67.4	196	16.6
2	6.5	36.1	2.35	66.2	276	16.6
3	6.1	41.9	2.56	66.1	353	22.0

[0289]

[0290] 상기 표에 예시된 바와 같이, 생성된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 기능성은 활성화의 온도에 의해 영향을 받는다. 활성화의 더 높은 온도에서, IV는 감소하는 경향이 있는 반면, 회수, 코일 중첩, 겔보기 점도 및 물 결합은 증가하는 경향이 있다. DE는 실질적으로 일정하게 유지된다.

[0291] 실시예 8

[0292] 신선한 오렌지 껍질을 미국 특허 번호 8,323,513호에 기재된 방법을 이용하여 알콜로 세척한 후, 손으로 가압한 후, 두 번째 연속 세척/가압하여 알콜 세척된 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시켰다.

[0293] 각각의 샘플에 대해, 1,000 그램(건조 물질)의 알콜 세척된 가압된 껍질 및 30 L 60% 알콜 중 62% 질산의 상이한 농도를 함유하는 활성화 용액의 혼합물을 이네이터에서 처리하였다.

[0294] 샘플 혼합물(물질, 알콜 및 산)의 일정한 재순환 펌핑에 의해 기계적 에너지를 유도하였고, 더욱 특히, 샘플 혼합물을 5-60분의 기간 동안 40-50 Hz에서 작동하는 로브 펌프(APV, CL/1/021/10)에 의해 55-75℃의 온도로 유지되는 튜브 열 교환기(3미터 길이; 6"의 6" 외부 직경; 1½"의 직경을 각각 갖는 2개의 내부 튜브)를 통해 25 L 스테인리스 강철 용기(진탕 없음)로부터 용기로 다시 연속적으로 재순환시켰다.

[0295] 이후, 배수된 샘플을 10% 소듐 카르보네이트를 이용하여 pH를 4.0으로 조정하면서 30 L 80% 이소프로판올에서 30분 동안 통상적으로 세척하였다. 이후, 세척된 껍질을 10시간 동안 65℃에서 열 캐비닛에서 건조시켰다. 이후, 건조된 샘플을 250 마이크론의 입자 크기로 체분화시켰다.

[0296] 회수(샘플 내에서의 가용성 펙틴의 %), 고유 점도(샘플로부터 추출된 펙틴의 고유 점도), 샘플 내의 펙틴의 에스테르화 정도(DE), 및 샘플의 물 결합 능력(물 그램/고체 물질 그램)을 측정하였고, 코일 중첩 파라미터를 계산하였다. 산, 온도, 에너지 입력 및 처리 시간의 효과와 관련하여 하기 표에 결과가 요약되어 있다.

[0297] 표 15

샘플	산 (ml/kg DM)	온도 (°C)	시간 (분)	에너지 (kJ)	IV (dl/g)	회수(%)	코일 중첩 (dL/g)	DE (%)	물 결합 (g/g)
1	150	75	15	1800	7.9	35.0	2.8	69.8	21.7
2	150	75	60	7200	7.4	39.0	2.9	68.3	20.9

[0298]

[0299] 표 15에 제시된 바와 같이 가변적인 처리 시간과 함께 고정된 산 농도 및 온도에서, IV는 처리 시간이 길수록 다소 감소하는 경향이 있고, 회수는 처리 시간이 길수록 다소 증가하는 경향이 있고, 코일 중첩은 처리 시간과 독립적으로 실질적으로 일정하게 유지되고, DE 및 물 결합은 실질적으로 일정하게 유지된다.

[0300] 표 16

샘플	산 (ml/kg DM)	온도 (°C)	시간 (분)	에너지 (kJ)	IV (dl/g)	회수(%)	코일 중첩 (dL/g)	DE (%)	물 결합 (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

[0301]

[0302] 표 15에 비해 표 16에 제시된 바와 같이 가변적인 처리 시간과 함께 더 낮은 산 농도 및 더 낮은 온도에서, IV는 처리 시간이 길수록 다소 감소하는 경향이 있고, 회수는 처리 시간이 길수록 다소 증가하는 경향이 있고, 코일 중첩은 처리 시간과 독립적으로 실질적으로 일정하게 유지되고, DE는 실질적으로 일정하게 유지된다. 그러나, 물 결합은 처리 시간이 증가함에 따라 증가하는 경향이 있다.

[0303] 표 17

샘플	산 (ml/kg DM)	온도 (°C)	시간 (분)	에너지 (kJ)	IV (dl/g)	회수(%)	코일 중첩 (dL/g)	DE (%)	물 결합 (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

[0304]

[0305] 표 17에 제시된 바와 같이, 가변적인 처리 시간과 함께 일정한 산 농도 및 일정한 낮은 처리 온도에서, IV는 5-60분 범위의 처리 시간으로 상당히 일정하게 유지되고, 회수는 처리 시간이 증가할수록 증가하고, 코일 중첩은 처리 시간이 증가할수록 증가하고, DE 및 물 결합은 실질적으로 일정하다.

[0306] 표 18

샘플	산 (ml/kg DM)	온도 (°C)	시간 (분)	에너지 (kJ)	IV (dl/g)	회수(%)	코일 중첩 (dL/g)	DE (%)	물 결합 (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

[0307]

[0308] 표 18에 제시된 바와 같이, 가변적인 처리 시간과 함께 더 높은 산 농도 및 더 낮은 처리 온도에서, IV는 처리 시간이 짧을수록 감소하는 경향이 있고, 회수는 처리 시간이 증가할수록 증가하는 경향이 있고, 코일 중첩은 처리 시간이 증가할수록 증가하는 경향이 있고, DE 및 물 결합은 5-60분 범위의 처리 시간으로 실질적으로 일정하게 유지된다.

[0309] 표 19

샘플	산 (ml/kg DM)	온도 (°C)	시간 (분)	에너지 (kJ)	IV (dl/g)	회수(%)	코일 중첩 (dl/g)	DE (%)	물 결합 (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

[0310]

[0311] 표 19에 제시된 바와 같이 증가하는 산 농도와 함께 일정한 온도 및 처리 시간에서, IV는 감소되고, 회수는 증가되고, 코일 중첩은 증가되고, DE는 감소되고, 물 결합은 증가된다.

[0312] 따라서, 이들 결과는 산 농도, 처리 온도 및 처리 시간을 변화시켜 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 처리를 최적화시키기 위한 다수의 옵션을 제공할 수 있음을 나타낸다.

[0313] 산 농도는 건조 물질 kg 당 50-250 ml의 62% 질산 범위, 바람직하게는 건조 물질 kg 당 100-250 ml의 62% 질산 범위, 더욱 바람직하게는 건조 물질 kg 당 150-250 ml의 62% 질산 범위이다.

[0314] 처리 온도는 55-75°C, 바람직하게는 65-75°C, 더욱 바람직하게는 70-75°C 범위이다.

[0315] 처리 시간은 5-60분, 바람직하게는 15-60분, 더욱 바람직하게는 20-60분의 범위이다.

[0316] 이상적인 조합은 건조 물질 kg 당 150 ml의 62% 질산(농축 질산)의 산 농도, 70°C의 처리 온도 및 15분의 처리 시간이고, 더 낮은 온도를 원할 경우, 더 높은 산 농도가 적용될 수 있다.

[0317] 실시예 9

[0318] 본 실시예는 상이한 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 용도 및 펙틴 추출 공정을 위한 시작 물질로 사용될 수 있는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 생성된 특성을 입증한다.

[0319] 사과를 가압하였다. 가압된 찌꺼기에 63% 이소프로판올을 첨가한 후, 찌꺼기를 5분 동안 세척하고 가압하였다. 하나의 샘플을 80% 이소프로판올에서 또 다른 시간 동안 세척하고, 가압하고, 건조 캐비닛에서 건조시켰다. 다른 샘플에 대해, 이네이터에서 가압된 사과 찌꺼기의 1 kg 건조 물질과 24 kg의 60% 이소프로판올을 혼합하였다. 건조 물질 kg 당 100 mL의 농축된 질산을 첨가하였다. 이를 작은 로브 펌프 상에서 순환시키면서 60분 동안 70°C에서 활성화시켰다. 활성화 후, 찌꺼기를 가압하였다. 이후, 이를 60% 이소프로판올에서 세척하고, 가압하였다. 이후, 이를 80% 이소프로판올에서 세척하고, 가압하고, 건조시켰다.

[0320] 예루살렘 아티초크를 가압하였다. 가압된 찌꺼기에 63% 이소프로판올을 첨가한 후, 찌꺼기를 5분 동안 세척하고 가압하였다. 하나의 샘플을 80% 이소프로판올에서 또 다른 시간 동안 세척하고, 가압하고, 건조 캐비닛에서 건조시켰다. 다른 샘플에 대해, 이네이터에서 가압된 사과 찌꺼기의 1 kg 건조 물질과 24 kg의 60% 이소프로판올을 혼합하였다. 건조 물질 kg 당 100 mL의 농축된 질산을 첨가하였다. 이를 작은 로브 펌프 상에서 순환시키면서 60분 동안 70°C에서 활성화시켰다. 활성화 후, 찌꺼기를 가압하였다. 이후, 이를 60% 이소프로판올에서 세척하고, 가압하였다. 이후, 이를 80% 이소프로판올에서 세척하고, 가압하고, 건조시켰다.

[0321] 오렌지를 가압하였다. 가압된 껍질에 63% 이소프로판올을 첨가한 후, 껍질을 5분 동안 세척하고 가압하였다. 하나의 샘플을 80% 이소프로판올에서 또 다른 시간 동안 세척하고, 가압하고, 건조 캐비닛에서 건조시켰다. 다른 샘플에 대해, 이네이터에서 가압된 오렌지 껍질의 1 kg DM과 24 kg의 60% 이소프로판올을 혼합하였다. 건조 물질 kg 당 100 mL의 농축된 질산을 첨가하였다. 이를 작은 로브 펌프 상에서 순환시키면서 60분 동안 70°C에서 활성화시켰다. 활성화 후, 껍질을 가압하였다. 이후, 이를 60% 이소프로판올에서 세척하고, 가압하였다. 이후, 이를 80% 이소프로판올에서 세척하고, 가압하고, 건조시켰다.

[0322] 당 추출로부터 사탕무 코세트(cossette)를 선택하였다. 코세트에 63% 이소프로판올을 첨가하고, 5분 동안 세척하고, 가압하였다. 하나의 샘플을 80% 이소프로판올에서 또 다른 시간 동안 세척하고, 가압하고, 건조 캐비닛에서 건조시켰다. 다른 샘플에 대해, 이네이터에서 가압된 코세트의 1 kg DM과 27 kg의 60% 이소프로판올을 혼합하였다. 건조 물질 kg 당 100 mL의 농축된 질산을 첨가하였다. 이를 작은 로브 펌프 상에서 순환시키면서 60분 동안 70°C에서 활성화시켰다. 활성화 후, 코세트를 가압하였다. 이후, 이들을 60% 이소프로판올에서 세척하고, 가압하였다. 이후, 이들을 80% 이소프로판올에서 세척하고, 가압하고, 건조시켰다.

[0323] 표 20

샘플	설명	비 에너지 (kJ/kg DM)	전체 혼합물 (kg)	비 에너지 (kJ/혼합물 kg)	DE (%)	회수 (%)	IV (dl/g)	코일 중첩 (dL/g)
1	사과	10800	27	400	77.4	3.0	14.5	0.4
2	활성화된 사과	10800	27	400	76.9	14.8	12.1	1.8
3	예루살렘 아티초크	10800	27	400	54.8	9.1	1.3	0.1
4	활성화된 예루살렘 아티초크	10800	27	400	56.8	22.2	5.5	1.2
5	오렌지	10800	27	400	70.2	15	7.8	1.2
6	활성화된 오렌지	10800	27	400	68.9	39	7.5	2.9
7	비트	10800	30	360	54.1	1.7	2.9	0.05
8	활성화된 비트	10800	30	360	54.4	15.0	3.3	0.5

[0324]

[0325]

시험된 모든 원료 물질에 대해 유사한 패턴이 발견되었고, 즉, 펙틴은 활성화 공정에 의해 원 위치에서 가용성으로 만들어진다. 코일 중첩 파라미터로서의 회수 둘 모두는 활성화 없이 상응하는 알콜 세척된 샘플보다 몇 배 더 높다. 과일인 활성화된 사과는 2에 가까운 COP를 나타내는 반면, 예루살렘 아티초크 및 활성화된 사탕무와 같은 활성화된 식물은 0.5 내지 1.2 범위의 COP를 나타낸다. 활성화된 오렌지(감귤류)는 2를 초과하는 가장 높은 COP를 나타낸다.

[0326]

가용성 및 불용성 섬유 성분 둘 모두를 갖는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 함유하는 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 흥미 있는 제품, 예를 들어, 수프, 소스 및 드레싱, 식품 보충제, 및 동물 사료용 프리바이오틱스를 포함하나 이에 제한되지는 않는 많은 적용 분야에서 사용될 수 있다. 불용성 섬유 성분의 물 보유 용량은, 예를 들어, 일회용 기저귀 및 여성 위생 제품, 예를 들어, 생리대 및 팬티 라이너에서 액체 흡수제로서 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 사용을 촉진한다. 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물에서의 가용성 펙틴 성분은, 예를 들어, 유럽 특허 번호 1812120B1호에 개시된 바와 같이 추출된 펙틴과 동일한 적용 분야에서 이들을 유용하게 만든다. 암모니아를 중화시키고, 이에 따라 악취를 제거하는 가용성 펙틴 성분과 액체를 흡수하는 불용성 섬유 성분의 특성을 조합함으로써, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 또한 액체를 흡수하고 암모니아를 중화시키는 고양이 깔개(litter)에 유용하다. 또한, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물은 펙틴을 제조하기 위한 추출 공정의 시작 물질로서 유용하다.

[0327]

활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물 및 활성화된 펙틴 함유 조성물을 생성시키기 위한 방법의 다양한 양태는 하기를 포함한다:

[0328]

양태 1: 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 생성시키기 위한 방법으로서,

[0329]

A) 불용성 섬유 성분 및 불용성 프로토펙틴 성분을 포함하는 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질과 알콜의 수용액을 혼합하여 혼합물을 형성시키는 단계;

[0330]

B) 상기 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 (i) 상기 혼합물의 pH를 0.5 또는 약 0.5 내지 2.5 또는 약 2.5의 범위 내로 조정하기 위해 혼합물에 산을 첨가함으로써 형성된 활성화 용액으로 처리하고, (ii) 40℃ 또는 약 40℃보다 큰 온도로 가열함으로써, 상기 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 활성화시켜 불용성 섬유 성분 및 가용성 펙틴 성분을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 물질을 형성시키는 단계;

[0331]

C) (i) 단계 A)의 혼합물에, (ii) 단계 B)의 활성화 동안, 또는 (iii) 단계 A)의 혼합물에 및 단계 B)의 활성화 동안 기계적 에너지를 적용하는 단계; 및

[0332]

D) 상기 혼합물로부터 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 분리시키는 단계를 포함하며;

[0333]

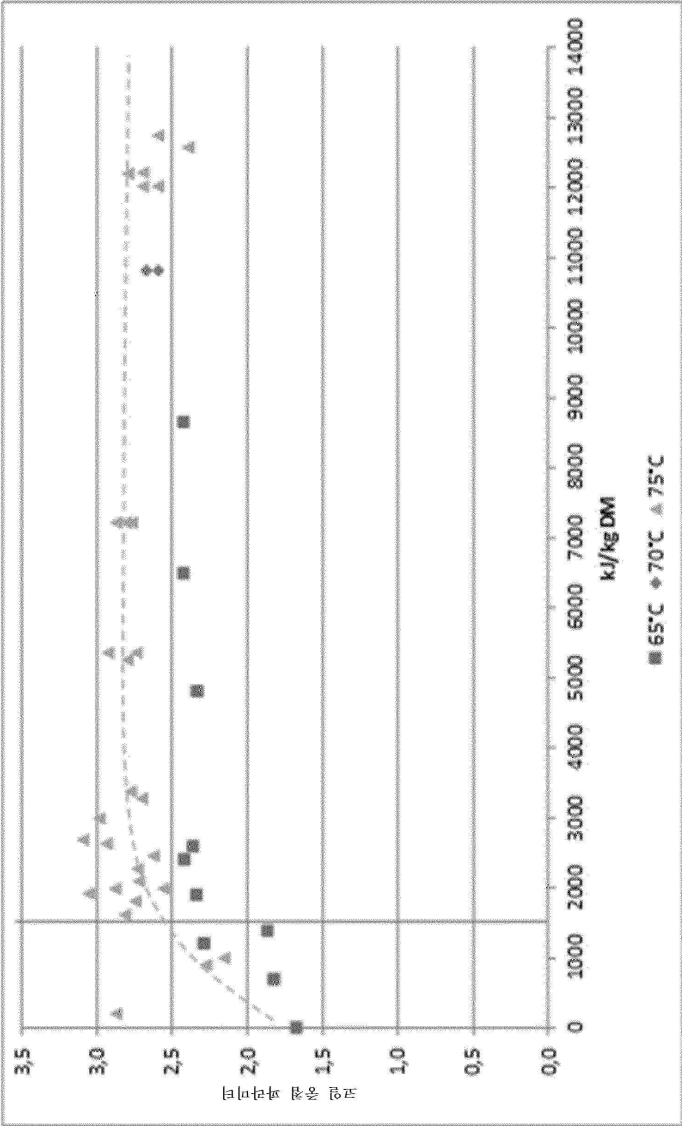
상기 방법 동안, 상기 혼합물에 존재하는 알콜이 혼합물의 전체 백분율을 기준으로 약 40 중량% 또는 약 40 중량% 초과인, 방법.

- [0334] 양태 2: 양태 1에 있어서, 단계 C)에서 기계적 에너지를 적용하는 것이 혼합물 내의 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질을 이의 섬유성 구조로 환원시키는 것을 추가로 포함하는 방법.
- [0335] 양태 3: 상기 양태 중 어느 하나에 있어서, 가용성 펙틴 성분 중 실질적으로 어느 것도 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 추출되지 않는 방법.
- [0336] 양태 4: 상기 양태 중 어느 하나에 있어서, 단계 C)에서의 기계적 에너지 적용이 펌프, 판 리파이너, 디스크 리파이너, 압출기, 로브 펌프, 및 원심분리 펌프의 그룹 중 적어도 하나에 의해 이루어지는 방법.
- [0337] 양태 5: 상기 양태 중 어느 하나에 있어서, 기계적 에너지가 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 건조 물질 킬로그램 당 800 킬로줄 이상 또는 약 800 킬로줄 이상 또는 혼합물의 킬로그램 당 36 킬로줄 이상 또는 약 36 킬로줄 이상인 방법.
- [0338] 양태 6: 상기 양태 중 어느 하나에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2.0 이상 또는 약 2.0 이상의 코일 중첩 파라미터를 갖는 방법.
- [0339] 양태 7: 상기 양태 중 어느 하나에 있어서, 가열이 15분 또는 약 15분 내지 60분 또는 약 60분의 범위 내의 기간 동안 60℃ 또는 약 60℃ 내지 80℃ 또는 약 80℃의 온도 범위 내에서 이루어지는 방법.
- [0340] 양태 8: 상기 양태 중 어느 하나에 있어서, 단계 D)가 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 pH를 3.5 또는 약 3.5 내지 4.5 또는 약 4.5의 범위로 조정하는 것을 추가로 포함하는 방법.
- [0341] 양태 9: 상기 양태 중 어느 하나에 있어서, 기계적 에너지가 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 건조 물질 킬로그램 당 1200 킬로줄 이상 또는 약 1200 킬로줄 이상 또는 혼합물의 킬로그램 당 40 킬로줄 이상 또는 약 40 킬로줄 이상인 방법.
- [0342] 양태 10: 양태 9에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2.3 이상 또는 약 2.3 이상의 코일 중첩 파라미터를 갖는 방법.
- [0343] 양태 11: 상기 양태 중 어느 하나에 있어서, 기계적 에너지가 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 건조 물질 킬로그램 당 1900 킬로줄 이상 또는 약 1900 킬로줄 이상 또는 혼합물의 킬로그램 당 60 킬로줄 이상 또는 약 60 킬로줄 이상인 방법.
- [0344] 양태 12: 양태 11에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2.5 이상 또는 약 2.5 이상의 코일 중첩 파라미터를 갖는 방법.
- [0345] 양태 13: 상기 양태 중 어느 하나에 있어서, 분리된 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 건조시키거나, 제분화시키거나, 건조 및 제분화시키는 것을 추가로 포함하는 방법.
- [0346] 양태 14: 상기 양태 중 어느 하나에 있어서, 단계 A)의 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이 감귤류 과일로부터 획득되는 방법.
- [0347] 양태 15: 양태 14에 있어서, 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질이 알콜 세척된 감귤류 껍질인 방법.
- [0348] 양태 16: 양태 14 또는 15에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2 이상 또는 약 2 이상의 코일 중첩 파라미터 및 60% 이상 또는 약 60% 이상의 가용성 펙틴 성분의 에스테르화 정도 둘 모두를 포함하는 방법.
- [0349] 양태 17: 양태 14 내지 16 중 어느 하나에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 브룩필드 점도계를 이용하여 25℃의 온도 및 pH 4.0에서 수용액에서 측정시 150 mPa·s 또는 약 150 mPa·s 내지 3500 mPa·s 또는 약 3500 mPa·s의 겔보기 점도, 14 g/g 또는 약 14 g/g 내지 27 g/g 또는 약 27 g/g의 물 결합 능력, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 20 중량% 또는 약 20 중량% 내지 45 중량% 또는 약 45 중량%의 양으로 존재하는 가용성 펙틴 성분, 및 2.5 또는 약 2.5 내지 5.5 또는 약 5.5의 pH의 그룹 중 하나 이상의 특성을 포함하는 방법.
- [0350] 양태 18: 셀룰로스 물질을 포함하는 불용성 섬유 성분; 및
- [0351] 용이하게 가용성인 펙틴을 포함하는 가용성 펙틴 성분을 포함하는, 감귤류 과일로부터 획득되는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물로서,
- [0352] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 2 이상 또는 약 2 이상의 코일 중첩 파라미터를 갖는, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.

- [0353] 양태 19: 양태 18에 있어서, 불용성 섬유 성분 및 가용성 펙틴 성분이 용이하게 가용성인 펙틴에 액체가 접근하는 것을 가능하게 하는 개방 구조를 형성하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.
- [0354] 양태 20: 양태 18 또는 19에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 80 중량% 또는 약 80 중량% 내지 55 중량% 또는 약 55 중량%의 불용성 섬유 성분 및 20 중량% 또는 약 20 중량% 내지 45 중량% 또는 약 45 중량%의 가용성 펙틴 성분을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.
- [0355] 양태 21: 양태 18 내지 20 중 어느 하나에 있어서, 가용성 펙틴 성분의 에스테르화 정도가 60% 이상 또는 약 60% 이상인 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.
- [0356] 양태 22: 양태 18 내지 20 중 어느 하나에 있어서, 코일 중첩 파라미터가 2.3 이상 또는 약 2.3 이상인 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.
- [0357] 양태 23: 양태 18 내지 20 중 어느 하나에 있어서, 코일 중첩 파라미터가 2.5 이상 또는 약 2.5 이상인 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.
- [0358] 양태 24: 양태 18 내지 24 중 어느 하나에 있어서, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 브룩필드 점도계를 이용하여 25°C의 온도 및 pH 4.0에서 수용액에서 측정시 150 mPa·s 또는 약 150 mPa·s 내지 3500 mPa·s 또는 약 3500 mPa·s의 겔보기 점도, 14 g/g 또는 약 14 g/g 내지 27 g/g 또는 약 27 g/g의 물 결합 능력, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물의 20 중량% 또는 약 20 중량% 내지 45 중량% 또는 약 45 중량%의 양으로 존재하는 가용성 펙틴 성분, 및 2.5 또는 약 2.5 내지 5.5 또는 약 5.5의 pH의 그룹 중 하나 이상의 특성을 포함하는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.
- [0359] 양태 25: 셀룰로스 물질을 포함하는 불용성 섬유 성분; 및
- [0360] 용이하게 가용성인 펙틴을 포함하는 가용성 펙틴 성분을 포함하는, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물로서,
- [0361] 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물이 (i) 사과, 예루살렘 아티초크 또는 비트로부터 선택되는 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질로부터 획득되고, (ii) 0.5 또는 약 0.5 내지 2.0 또는 약 2.0의 범위 내의 코일 중첩 파라미터를 갖고, (iii) 시작 펙틴 함유 바이오매스 물질의 코일 중첩 파라미터의 것보다 적어도 약 300% 더 큰 코일 중첩 파라미터를 갖는, 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.
- [0362] 양태 26: 양태 18 내지 25 중 어느 하나에 있어서, 식품 성분인 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.
- [0363] 양태 27: 양태 18 내지 25 중 어느 하나에 있어서, 펙틴을 추출하기 위한 시작 물질로서 사용되는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물.
- [0364] 양태 28: 양태 1 내지 17 중 어느 하나의 방법으로부터 유래되는 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물, 또는 양태 18 내지 26 중 어느 하나에 따른 활성화된 펙틴 함유 바이오매스 조성물을 포함하는 제품.

도면

도면1



도면2

