



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 122019003441-9 B1



(22) Data do Depósito: 14/02/2018

(45) Data de Concessão: 05/07/2022

(54) Título: COMPOSIÇÕES DE BIOMASSA CONTENDO PECTINA ATIVADA E PRODUTOS COMPREENDENDO AS DITAS COMPOSIÇÕES

(51) Int.Cl.: C08B 37/00.

(30) Prioridade Unionista: 09/02/2018 US 15/892,639; 15/02/2017 US 62/459,136; 16/01/2018 US 62/617,860.

(73) Titular(es): CP KELCO APS.

(72) Inventor(es): JAN AAE STAUNSTRUP; JENS ESKIL TRUDSØ; DONALD F. HISCOCK; CARSTEN KLIT; TOMMY EWI PEDERSEN.

(86) Pedido PCT: PCT EP2018053722 de 14/02/2018

(87) Publicação PCT: WO 2018/149893 de 23/08/2018

(85) Data do Início da Fase Nacional: 20/02/2019

(62) Pedido Original do Dividido: BR112019001843-3 - 14/02/2018

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO DE BIOMASSA CONTENDO PECTINA ATIVADA E PRODUTOS COMPREENDENDO DITA COMPOSIÇÃO São fornecidos métodos para produção de uma composição de biomassa contendo pectina ativada. O método inclui (A) mistura de um material de biomassa contendo pectina de partida compreendendo um componente de fibra insolúvel e um componente de protopectina insolúvel com uma solução aquosa de um álcool para formar uma mistura; (B) ativação do material de biomassa contendo pectina de partida para formar um material de biomassa contendo pectina ativada compreendendo o componente de fibra insolúvel e um componente de pectina solúvel submetendo o material de biomassa de pectina de partida a (i) uma solução de ativação formada pela adição de ácido à mistura para ajustar o pH da mistura no intervalo de ou cerca de 0,5 a cerca de 2,5 e (ii) aquecimento a uma temperatura superior a ou de cerca de 40 °C; e (C) aplicação de energia mecânica tanto a (i) mistura da etapa A), (ii) durante a ativação da etapa B) ou (iii) mistura da etapa A) e durante a ativação da etapa B); e (D) separação do material de biomassa contendo pectina ativada da mistura; em que durante o método o álcool presente na mistura é igual ou (...).

“COMPOSIÇÕES DE BIOMASSA CONTENDO PECTINA ATIVADA E PRODUTOS COMPREENDENDO AS DITAS COMPOSIÇÕES”

[001] Dividido do BR1120190018433, depositado em 14/02/2018.

ANTECEDENTES

[002] Fibra dietética ou volume é a porção indigerível de alimentos derivados de plantas. O consumo de alimentos com alto teor de fibras reduz o apetite de acordo com as descobertas realizadas. A fibra dietética é composta de fibra solúvel e insolúvel. A fibra solúvel, que se dissolve em água, é facilmente fermentada no cólon em gases e subprodutos fisiologicamente ativos e pode ser prebiótica e viscosa. A fibra insolúvel, que não se dissolve na água, é metabolicamente inerte e fornece volume ou pode ser pré-biótica e metabolicamente fermentada no intestino grosso.

[003] As fibras dietéticas podem agir alterando a natureza do conteúdo do trato gastrointestinal e alterando a forma conforme outros nutrientes e substâncias químicas são absorvidos. Alguns tipos de fibra solúvel absorvem água para se tornar uma substância gelatinosa e viscosa que é fermentada por bactérias no trato digestivo. Alguns tipos de fibra insolúvel têm ação de volume e não sofrem fermentação. A lignina, uma importante fonte de fibras insolúveis na dieta, pode alterar a taxa e o metabolismo das fibras solúveis. Outros tipos de fibra insolúvel, nomeadamente amido resistente, são totalmente fermentados.

[004] Quimicamente, a fibra dietética consiste em polissacarídeos não amidados, tais como arabinoxilanos, celulose e muitos outros componentes vegetais, tais como amido resistente, dextrinas resistentes, inulina, lignina, ceras, quitinas, pectinas, beta-glicanos e oligossacarídeos. Uma nova posição foi adotada pelo Departamento de Agricultura Norte Americano para incluir fibras funcionais como fontes isoladas de fibras que podem ser incluídas na dieta. O termo "fibra" é

uma espécie de denominação errônea, uma vez que muitos tipos da chamada fibra dietética não são realmente fibrosos.

[005] Fontes alimentares de fibra dietética são frequentemente divididas de acordo com o fornecimento de fibras predominantemente solúveis ou insolúveis. Alimentos vegetais contêm ambos os tipos de fibras em vários graus, de acordo com as características da planta.

[006] As vantagens do consumo de fibras são a produção de compostos saudáveis durante a fermentação da fibra solúvel e a capacidade das fibras insolúveis (através das suas propriedades higroscópicas passivas) de aumentar o volume, suavizar as fezes e encurtar o tempo de trânsito através do trato intestinal.

[007] Frequentemente, as composições de fibra dietética são utilizadas na indústria alimentar ou de produtos de consumo pelas suas propriedades funcionais que incluem propriedades de viscosificação, absorção de água, volume, emulsão e até mesmo gelificação. A adição de uma fibra dietética funcional pode fornecer benefícios texturais, benefícios nutricionais e, em alguns casos, rótulos mais simples, substituindo opções menos favoráveis ao consumidor.

[008] Algumas plantas contêm pectina como componente de fibra solúvel. A pectina é um polissacarídeo útil como coloide em muitas aplicações, tais como produtos alimentícios, bebidas, produtos para cuidados pessoais, produtos farmacêuticos e detergentes. Tipicamente, a pectina é recuperada comercialmente na sua forma solúvel em água a partir de um material de biomassa contendo pectina por extração.

[009] Infelizmente, o processo de extração de pectina é muitas vezes severo, resultando na degradação da qualidade da pectina medida como viscosidade intrínseca. A pectina com uma viscosidade intrínseca mais elevada é frequentemente desejável porque a viscosidade intrínseca elevada indica que a pectina extraída está mais próxima do seu estado original na matéria-prima e,

portanto, não foi degradada durante o processo de extração. A partir de uma perspectiva de otimização de custos, o processo de extração deve ser projetado para extrair a maior quantidade de pectina disponível nas plantas, mas o rendimento da pectina é frequentemente limitado em troca da qualidade da pectina. Além disso, o processamento de plantas também é desafiador devido à propensão da pectina de se ligar à água.

[010] Assim, permanece a necessidade de fornecer uma fibra dietética a partir de plantas contendo pectina que possam ser processadas com facilidade e retenham componentes de fibra solúvel e insolúvel com propriedades de alta qualidade.

SUMÁRIO

[011] É um objetivo da presente revelação proporcionar um método para produção de uma composição de biomassa contendo pectina ativada a partir de um material de biomassa contendo pectina de partida, a composição de biomassa contendo pectina ativada e um produto compreendendo essa composição de biomassa contendo pectina ativada. Isso pode ser alcançado pelos recursos conforme definidos nas reivindicações independentes. Outras melhorias são caracterizadas pelas reivindicações dependentes. Verificou-se agora, surpreendentemente, que um material de biomassa contendo pectina de partida compreendendo protopectina insolúvel e fibra insolúvel (por exemplo, fibra celulósica de casca de cítricos) pode ser tratado com uma solução ativadora compreendendo um álcool e um ácido em certas condições e exposta a determinada quantidade de energia mecânica em fluxo não laminar para transformar a protopectina insolúvel em pectina solúvel *in situ* e parcialmente fibrilar uma porção das fibras celulósicas em fibrilas. O resultado é uma composição de biomassa contendo pectina ativada contendo o componente de pectina solúvel e o componente de fibra insolúvel interagindo para formar uma rede aberta proporcionando uma composição final com

viscosidade aparente aumentada e características de ligação a água e uma proporção elevada de pectina solúvel para fibra insolúvel. Além disso, o componente de pectina solúvel através deste tratamento torna-se solúvel em água, isto é, água fria, e pode ser extraído sem adicionar calor, superando assim algumas das desvantagens relacionadas com métodos tradicionais de extração de pectina de um material de biomassa contendo pectina.

[012] São fornecidos métodos para produção de uma composição de biomassa contendo pectina ativada, tais como métodos nos quais a casca de cítricos é o material de biomassa contendo pectina de partida e a composição de biomassa contendo pectina ativada resultante tem um parâmetro de interpenetração macromolecular (*coil overlap parameter*) igual ou superior a 2. Os métodos incluem (A) mistura de um material de biomassa contendo pectina de partida compreendendo um componente de fibra insolúvel e um componente de protopectina insolúvel com uma solução aquosa de um álcool para formar uma mistura; (B) ativação do material de biomassa contendo pectina de partida para formar um material de biomassa contendo pectina ativada compreendendo o componente de fibra insolúvel e um componente de pectina solúvel submetendo o material de biomassa contendo pectina de partida a (i) uma solução de ativação formada pela adição de ácido à mistura para ajustar o pH da mistura no intervalo a partir de ou cerca de 0,5 a cerca de 2,5 e (ii) aquecimento a uma temperatura superior a ou de cerca de 40°C; e (C) aplicação de energia mecânica a cada uma dentre (i) mistura da etapa A), (ii) durante a ativação da etapa B) ou (iii) mistura da etapa A) e durante a ativação da etapa B); e (D) separação do material de biomassa contendo pectina ativada da mistura; em que durante o método o álcool presente na mistura é igual ou superior a cerca de 40 por cento em peso com base no peso total da mistura.

[013] Composições de biomassa contendo pectina ativa são também fornecidas compreendendo um componente de fibra insolúvel de material celulósico e um componente de pectina solúvel. Quando produzidas a partir de cítricos como material de biomassa contendo pectina de partida, as composições de biomassa contendo pectina ativada têm um parâmetro de interpenetração macromolecular igual a ou cerca de 2 ou superior.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[014] Os desenhos anexos ilustram modalidades presentemente exemplificativas da revelação e servem para explicar, a título de exemplo, os princípios da revelação.

[015] A figura 1 é uma ilustração esquemática de um gráfico com dados plotados a partir da Tabela 1 de energia de acordo com uma modalidade exemplificativa da presente revelação.

[016] A figura 2 é uma ilustração esquemática de um gráfico com dados plotados a partir da Tabela 2 de energia de acordo com uma modalidade exemplificativa da presente revelação.

DESCRIÇÃO DETALHADA

[017] As composições de biomassa contendo pectina ativada descritas no presente documento incluem um componente de fibra insolúvel e um componente de pectina solúvel. As composições de biomassa contendo pectina ativada são derivadas do material de biomassa contendo pectina de partida (i) que combinado com uma solução de ativação e submetido a calor superior a ou de cerca de 40 °C para ativação e (ii) ao qual energia mecânica é aplicada antes da ativação, durante a ativação ou em ambas as instâncias; em que ao longo do método o álcool está presente na mistura em ou maior do que cerca de 40 por cento em peso com base na porcentagem total da mistura. Isto resulta em processamento e funcionalidade melhorados em comparação com composições de biomassa contendo pectina

derivadas do material de biomassa contendo pectina de partida sem estarem sujeitas a ativação e energia mecânica.

[018] Grande parte da pectina no material de biomassa contendo pectina de partida está na forma de protopectina (isto é, pectina insolúvel tendo um grau muito elevado de esterificação (DE) que não está disponível) que deve ser hidrolisada para se tornar funcional. Misturando um material de biomassa contendo pectina inicial com uma solução ativadora contendo álcool e ácido e aplicando calor (ou seja, ativando ou ativação), a protopectina pode ser hidrolisada sem degradar ou extrair a pectina resultante, portanto resultando em uma biomassa ativada por pectina, composição com pectina significativamente mais solúvel do que seria de outro modo disponível usando métodos convencionais. Além disso, verificou-se que a aplicação de energia mecânica ao material de biomassa contendo pectina de partida, antes ou durante o contato com a solução de ativação ou em ambos os casos, permite vantajosamente que uma maior quantidade de protopectina seja hidrolisada e resulta na formação de maiores quantidades de pectina solúvel em água. As composições de biomassa contendo pectina compreendem um componente de pectina solúvel com funcionalidade melhorada, tal como maior viscosidade intrínseca e maior rendimento de pectina, e um componente de fibra insolúvel com funcionalidade melhorada, tal como maior capacidade de ligação à água.

Composições de biomassa contendo pectina ativada

[019] As propriedades da composição de biomassa contendo pectina ativada podem ser caracterizadas pelo parâmetro de interpenetração macromolecular da composição, que um meio para avaliar a qualidade e quantidade da pectina dentro da composição de biomassa contendo pectina ativada. Isto é, o parâmetro de interpenetração macromolecular pode ser utilizado para indicar a funcionalidade da composição de biomassa contendo pectina ativada. Como empregado no presente

documento, o parâmetro de interpenetração macromolecular é determinado pela seguinte fórmula:

$$\text{Parâmetro de interpenetração macromolecular} = IV_{\text{pectina}} \times \text{Recuperação de Pectina}$$

em que a IV_{pectina} é a viscosidade intrínseca da pectina extraída da composição de biomassa contendo pectina ativada, e a recuperação de pectina é a quantidade de pectina extraída da composição de biomassa de pectina ativada dividida pelo quantidade total de composição de biomassa contendo pectina ativada. Assim, a unidade do parâmetro de interpenetração macromolecular é dl/g. A viscosidade intrínseca e a recuperação de pectina da pectina podem ser medidas usando qualquer método adequado, tal como, por exemplo, os métodos descritos no presente documento.

[020] A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter um parâmetro de interpenetração macromolecular de ou cerca de 2 ou superior, particularmente quando se utiliza cítricos como material de biomassa contendo pectina de partida. A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter um parâmetro de interpenetração macromolecular de ou cerca de 2 a cerca de 4,5. A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter um parâmetro de interpenetração macromolecular desde ou de cerca de 2,5 a cerca de 4,5. A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter um parâmetro de interpenetração macromolecular de ou cerca de 3,5 a cerca de 4,5. A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter um parâmetro de interpenetração macromolecular desde ou de cerca de 4,0 a cerca de 4,5. Além disso, a composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter um parâmetro de interpenetração macromolecular de 2, 2,1, 2,2, 2,3, 2,4, 2,5, 2,6, 2,7, 2,8, 2,9, 3, 3,1, 3,2, 3,3, 3,4, 3,5, 3,6, 3,7, 3,8, 3,9, 4,0, 4,1, 4,2, 4,3, 4,4, 4,5, 4,6 ou 4,7. A composição de biomassa contendo pectina ativada desta revelação pode ter um valor de parâmetro

de interpenetração macromolecular entre qualquer destes valores de parâmetros de interpenetração macromolecular recitados.

[021] Quando a composição de biomassa contendo pectina ativada é derivada de outros materiais contendo pectina tais como maçãs, alcachofras de Jerusalém ou beterrabas, o parâmetro de interpenetração macromolecular varia de acordo com a quantidade de protopectina natural disponível para conversão em pectina solúvel. A composição de biomassa contendo pectina ativada quando se utiliza um material de biomassa de pectina de partida selecionado a partir de maçã, alcachofra de Jerusalém ou beterraba pode ter um parâmetro de interpenetração macromolecular dentro do intervalo de ou cerca de 0,5 a ou cerca de 2,0. Além disso, a composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter, pelo menos, cerca de 300 por cento maior que a de um parâmetro de interpenetração macromolecular do material de biomassa contendo pectina de partida.

[022] A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter uma viscosidade aparente de ou cerca de 150 mPa.s a ou cerca de 3.500 mPa.s quando medida em solução aquosa a uma temperatura de 25 e pH 4,0 utilizando um Viscosímetro de Brookfield como revelado em Protocolo 2 no presente documento, particularmente quando se utiliza cítricos como material de biomassa contendo pectina de partida. A viscosidade aparente pode ser de ou cerca de 250 mPa.s a ou cerca de 3.100 mPa.s, de ou cerca de 350 mPa.s a ou cerca de 3.100 mPa.s, de ou cerca de 500 mPa.s a ou cerca de 3.100 mPa.s, de ou cerca de 600 mPa.s a ou cerca de 3.100 mPa.s, de ou cerca de 800 mPa.s a ou cerca de 3.100 mPa.s, de ou cerca de 1.000 mPa.s a ou cerca de 3.100 mPa.s, de ou cerca de 1.200 mPa.s a ou cerca de 3.100 mPa.s, de ou cerca de 1.500 mPa.s a ou cerca de 3.100 mPa.s, de ou cerca de 2.000 mPa.s a ou cerca de 3.100 mPa.s e de ou cerca de 2.500 mPa.s a ou cerca de 3.100 mPa.s. A composição de biomassa contendo pectina ativada desta

revelação também pode ter uma viscosidade aparente entre qualquer destes valores de viscosidade indicados.

[023] A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter uma capacidade de ligação à água de ou cerca de 14 g / g a cerca de 27 g / g. A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter uma capacidade de ligação a água de ou cerca de 18 g / g a cerca de 27 g / g. A capacidade de ligação à água da composição contendo pectina ativada pode ser de ou cerca de 20 g / g a cerca de 27 g / g.

[024] A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter um pH de pelo menos ou cerca de 2,5. Por exemplo, a composição de biomassa contendo pectina ativada pode ter um pH desde ou cerca de 2,5 a cerca de 5,5, desde cerca de 2,6 a cerca de 5,0, desde a cerca de 2,7 a cerca de 4,5, ou a partir de ou cerca de 3,5 para a ou cerca de 4,5.

[025] Ao ativar o material de biomassa contendo pectina de partida para se tornar a composição de biomassa contendo pectina ativada, a protopectina pode ser convertida na sua forma prontamente solúvel de pectina *in situ*. Os métodos descritos abaixo não removem as substâncias pécticas naturais presentes no material de biomassa inicial contendo pectina. Em algumas variações, substancialmente nenhuma pectina é extraída do material de biomassa contendo pectina de partida da mistura durante a etapa de ativação. Como no presente documento utilizado, "praticamente nenhuma pectina é extraída" significa que menos do que 1% da pectina no material de biomassa contendo pectina de partida é removido durante a etapa de ativação. Não desejando estar limitado por qualquer teoria, acredita-se que o uso do álcool durante a etapa de ativação evita que a pectina saia do material de biomassa inicial contendo pectina, permitindo assim que uma maior quantidade de pectina seja recuperada – isto é, melhora o rendimento de pectina. Isso resulta em uma composição de biomassa contendo pectina ativada que

não é apenas altamente funcional, mas também mais próxima da natureza, resultando em um produto minimamente processado.

[026] O componente de pectina pode estar presente na composição de biomassa contendo pectina ativada em uma quantidade de cerca de 20% a cerca de 45% em peso da composição de biomassa contendo pectina ativada. O componente de pectina pode estar presente em uma quantidade de cerca de 30% a cerca de 45% em peso da composição de biomassa contendo pectina ativada. A pectina pode estar presente em uma quantidade de cerca de 40% a cerca de 45% em peso da composição de biomassa contendo pectina ativada. O componente de pectina pode estar presente em uma quantidade de cerca de 20%, cerca de 25%, cerca de 30%, cerca de 35%, cerca de 40%, ou cerca de 45% em peso da composição de biomassa contendo pectina ativada. Além disso, o componente de pectina pode também estar presente na composição de biomassa contendo pectina ativada desta revelação em uma quantidade em um intervalo entre qualquer um destes valores indicados.

[027] A composição de biomassa contendo pectina ativada tem um teor de açúcar residual, tal como medido no Protocolo 4, inferior a cerca de 30% em peso da composição de biomassa contendo pectina ativada. Utilizando um material de biomassa contendo pectina de partida que foi lavado com álcool, como adicionalmente descrito abaixo, lava o açúcar e melhora assim a quantidade e qualidade do componente de pectina no material de biomassa contendo pectina ativada. O teor de açúcar residual pode ser de cerca de 3% a cerca de 30% em peso da composição de biomassa contendo pectina ativada. O teor de açúcar residual pode ser de cerca de 3%, cerca de 4%, cerca de 5%, cerca de 6%, cerca de 7%, cerca de 8%, cerca de 9%, cerca de 10%, cerca de 1%, cerca de 12% , cerca de 14%, cerca de 15%, cerca de 17%, cerca de 17%, cerca de 17%, cerca de 17%, cerca de 17%, cerca de 20%, cerca de 20%, cerca de 20%, cerca de 20% 25%,

cerca de 26%, cerca de 27%, cerca de 28%, cerca de 29%, ou cerca de 30%. Além disso, a composição de biomassa contendo pectina ativada desta revelação também pode ter um valor de teor de açúcar residual entre qualquer destes valores de teor de açúcar residual citado.

[028] A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ser seca sob a forma de partículas secas. Esta forma particulada seca pode ser moída, o que transforma a composição de biomassa contendo pectina ativada em uma forma de pó adequada para manuseio, por exemplo, adicionando a um produto alimentar.

[029] A composição de biomassa contendo pectina ativada não pode ser seca, mas deve estar presente não dissolvida na mistura em que o material foi ativado. Tal seria tipicamente, mas nem sempre, utilizado quando a pectina dentro da composição de biomassa contendo pectina ativada fosse extraída. Tal extração pode ser feita separando o álcool e mais ou menos água da composição de biomassa contendo pectina ativada. O álcool separado pode ser reutilizado no produto subsequente de composições de biomassa contendo pectina ativada. Alternativamente, a composição de biomassa contendo pectina ativada pode ser extraída sem separação de álcool e mais ou menos água da composição de biomassa contendo pectina ativada.

Métodos

[030] Em uma ou mais modalidades exemplificativas, os métodos produzem composições de biomassa contendo pectinas ativadas com diversas características tal como descrito acima. Um efeito técnico dos métodos é que a composição de biomassa contendo pectina ativada resultante tem um componente de fibra insolúvel com uma estrutura de rede aberta fibrosa e um componente de pectina *in situ* de elevada qualidade e alto teor. O método produz uma composição de biomassa contendo pectina ativada a partir de um material de biomassa contendo pectina de partida. O método compreende as seguintes etapas: A) mistura de um material de

biomassa contendo pectina de partida compreendendo um componente de fibra insolúvel e um componente de protopectina insolúvel com uma solução aquosa de um álcool para formar uma mistura; B) ativar o material de biomassa contendo pectina de partida para formar um material de biomassa contendo pectina ativada compreendendo o componente de fibra insolúvel e um componente de pectina solúvel submetendo o material de biomassa de pectina de partida a (i) uma solução de ativação formada pela adição de ácido à mistura para ajustar o pH da mistura dentro do intervalo de cerca de 0,5 a cerca de 2,5 e (ii) aquecer a uma temperatura superior a ou cerca de 40 °C; C) aplicar energia mecânica (i) mistura da etapa A), (ii) durante a ativação da etapa B), ou (iii) mistura da etapa A) e durante a ativação da etapa B); e D) separar a composição de biomassa contendo pectina ativada da mistura; em que durante o método o álcool presente na mistura é igual ou superior a cerca de 40 por cento em peso com base no peso total da mistura.

[031] O material de biomassa contendo pectina de partida é um material de biomassa contendo pectina não ativada que inclui um componente de fibra insolúvel e protopectina insolúvel (isto é, pectina na sua forma insolúvel). Exemplos não limitativos de material de biomassa contendo pectina incluem cítricos e / ou a sua casca (como laranja, limão, lima, toranja, pomelo, grapefruit e tangerina), bagaço de maçã, bagaço de uva, bagaço de pera, bagaço de marmelo, beterraba forrageira beterraba açucareira, beterraba sacarina da extração de açúcar, resíduo de girassol da extração de óleo, resíduo de batata da produção de amido, alcachofra de Jerusalém, casca e núcleo de ananás, raízes de chicória e outras biomassas contendo pectina. O componente de fibra insolúvel inclui geralmente, por exemplo, fibras predominantemente celulósicas, tais como hemicelulose e celulose.

[032] O material de biomassa inicial contendo pectina pode ser limpo e preparado para utilização por contato e lavagem com água ("lavado com água") de acordo com o método tradicional utilizado para fazer material lavado com água. Este

método envolve tomar, por exemplo, casca de cítricos fresca e cortada e lavar com 2-3 volumes de água. Esta operação pode ser realizada 1-4 vezes após o que a casca lavada com água resultante é comprimida mecanicamente.

[033] O material de biomassa inicial contendo pectina pode ser limpo e preparado para uso por contato e lavagem com álcool ("álcool lavado"). O material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool pode ser preparado utilizando os processos, total ou parcialmente, como descrito na Patente US Número 8322513, que é incorporada no presente documento como referência. Crê-se que a protopectina presente no material de biomassa contendo pectina de partida pode ligar-se a água, dificultando assim a remoção da água. Verificou-se que o tratamento (isto é, lavagem) do material de biomassa contendo pectina com álcool faz com que a protopectina *in situ* perca a sua capacidade de ligação à água, o que resulta na lixiviação de água do material de biomassa inicial contendo pectina sem a protopectina e aumentando o rendimento de pectina.

[034] Exemplos não limitativos de alcoóis adequados incluem etanol, isopropanol, metanol e suas combinações. O álcool pode estar presente na composição umectante em uma quantidade de cerca de 40 a cerca de 85% em peso da composição umectante ou pelo menos cerca de 70% em peso da composição umectante. A composição umectante pode também incluir água além do álcool, que pode constituir todo ou substancialmente o restante da composição umectante além do álcool.

[035] Quando o material de biomassa contendo pectina de partida é lavado com álcool, após cada lavagem, o material de biomassa contendo pectina de partida pode ser mecanicamente separado de pelo menos uma porção da composição umectante contendo álcool para formar um material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool. A separação mecânica pode ser feita pressionando o material de biomassa contendo pectina de partida umedecida, o que pode ser

realizado por qualquer dispositivo de prensagem adequado, tal como um tipo de prensa de parafuso simples, ou manualmente. A pressão durante a prensagem pode variar de cerca de 50 kPa a cerca de 800 kPa ou de cerca de 200 kPa a cerca de 400 kPa e a duração da prensagem pode variar de cerca de 1 minuto a cerca de 25 minutos ou cerca de 10 minutos a cerca de 25 minutos 15 minutos a cerca de 25 minutos.

[036] O material de biomassa contendo pectina de partida pode sofrer apenas uma lavagem com álcool, seguido por separação mecânica para formar um material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool. O material de biomassa contendo pectina de partida pode sofrer mais do que uma lavagem com álcool e a correspondente separação mecânica para formar um material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool. O material de biomassa contendo pectina de partida pode sofrer uma primeira lavagem com álcool e correspondente separação mecânica, e a seguir sofrer uma segunda lavagem com álcool e correspondente separação mecânica para formar um material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool.

[037] O material de biomassa contendo pectina de partida pode ser opcionalmente seco por exposição ao calor para formar um material de biomassa contendo pectina de partida seca.

[038] Na etapa A), o material de biomassa contendo pectina de partida, se lavado com água ou lavado com álcool ou seco, pode ser misturado com uma solução aquosa de um álcool para formar uma mistura em que o álcool presente na mistura igual ou superior a 40 por cento em peso com base no peso total da mistura. Na etapa A), o álcool pode estar presente na mistura em uma quantidade de ou cerca de 40 a ou cerca de 60 por cento em peso de álcool. A quantidade de álcool a ser adicionada ou dilua pode ser calculada por um versado na técnica dependendo da quantidade de água presente no material de biomassa contendo pectina de

partida lavada com água e dependendo da quantidade de álcool e de água presentes no material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool.

[039] Antes da ativação na etapa B), o material de biomassa contendo pectina de partida compreende o componente de fibra insolúvel e o componente de protopectina insolúvel. Quando o material de biomassa contendo pectina de partida está em contato com a solução de ativação, a protopectina hidrolisa *in situ* para produzir pectina solúvel em água dentro do material de biomassa contendo pectina de partida, resultando assim em uma composição de biomassa contendo pectina ativada incluindo o componente de fibra insolúvel e o componente solúvel da pectina. Crê-se que a protopectina se converte em pectina solúvel em água através da ação do ácido e, devido ao álcool, isso é realizado sem lixiviação do material de biomassa contendo pectina de partida. Como resultado, o rendimento de pectina pode ser melhorado.

[040] A solução de ativação compreendendo um álcool e um ácido e pode ser formada por adição de ácido à mistura da etapa A) para ajustar o pH da mistura no intervalo de ou cerca de 0,5 a cerca de 2,5. Assim, a solução de ativação pode ter um pH de cerca de 0,5 a cerca de 2,5 ou de cerca de 1,0 a cerca de 2,0. Exemplos não limitativos de alcoóis adequados incluem álcool isopropílico, etanol, metanol e suas combinações. Exemplos não limitativos de ácidos adequados incluem ácidos orgânicos e inorgânicos, tais como ácido nítrico, ácido cítrico, ácido oxálico, ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico e suas combinações. O álcool pode ser uma solução de cerca de 40% a cerca de 80% de álcool, tal como etanol, e o ácido pode ser uma solução de cerca de 10% a cerca de 65% de ácido nítrico, para proporcionar um pH da mistura dentro da variação de cerca de 0,5 a cerca de 2,5. Uma solução a 10% de ácido nítrico é preferida por razões de segurança.

[041] O período de tempo em que o material de biomassa contendo pectina de partida está em contato com uma solução ativadora poderá variar dependendo, pelo menos em parte, dos tipos de álcool e ácidos usados, da temperatura na qual a mistura é aquecida e se a energia mecânica é aplicada ou não na etapa B e à intensidade da energia mecânica aplicada. Por exemplo, o material de biomassa contendo pectina de partida pode ser colocado em contato com a solução de ativação durante um período de pelo menos cerca de 5 minutos a cerca de 2 horas. O material de biomassa contendo pectina de partida pode ser colocado em contato com a solução de ativação durante um período de cerca de 15 minutos a cerca de 1 hora. Além disso, a etapa B) pode ser conduzido durante um período de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55 minutos ou 1 h, 1,1 h, 1,2 h, 1,25 h, 1,3 h, 1,4 h, 1,5 h, 1,6 h, 1,7 h, 1,75 h, 1,8 h, 1,9 h e 2 h. A mistura pode ser aquecida por um período de tempo entre qualquer um desses valores citados.

[042] A etapa de ativação B) inclui aquecer a mistura do material de biomassa contendo pectina de partida e a solução de ativação a uma temperatura que é maior do que ou cerca de 40°C. A mistura pode ser aquecida a uma temperatura de cerca de 40°C a cerca de 90°C. A mistura pode ser aquecida a uma temperatura que é desde cerca de 60°C até cerca de 75°C. A mistura pode ser aquecida a uma temperatura de cerca de 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85°C e 90°C, ou a mistura pode ser aquecida a uma temperatura que esteja entre qualquer destes valores indicados.

[043] A mistura ao longo da sua utilização no método tem uma concentração do material de biomassa contendo pectina de partida limitada de acordo com o dispositivo mecânico subsequente utilizado para aplicar a energia mecânica na etapa C). Para um dispositivo mais eficaz, a concentração do material de biomassa inicial contendo pectina pode ser maior. Para simplificar, a concentração do material de biomassa inicial contendo pectina pode basear-se na matéria seca do material de

biomassa contendo pectina de partida. A concentração do material de biomassa inicial contendo pectina pode ser de cerca de 1 a cerca de 5 por cento em peso, ou pode ser de 2 a cerca de 4 por cento em peso, pode ser de 3 a 4 ou cerca de 4 por cento em peso, com base no peso total da mistura.

[044] O método para produzir as composições de biomassa contendo pectina ativada descritas no presente documento inclui ainda, como na etapa C), a aplicação de energia mecânica em certas fases do método. A energia mecânica pode ser aplicada à mistura da etapa A), o que, como descrito acima, é o material de biomassa contendo pectina de partida em uma solução aquosa de álcool. A energia mecânica pode ser aplicada durante a ativação da etapa B), que, como descrito acima, sujeita o material de biomassa contendo pectina de partida à solução de ativação e aquecimento. A energia mecânica pode ser aplicada durante a etapa A e a etapa B). A aplicação de energia mecânica no método promove a homogeneização da mistura, altera a estrutura física do material de biomassa inicial contendo pectina, aumenta o parâmetro de interpenetração macromolecular e permite parcialmente que a celulose se torne celulose microfibrilada. A quantidade de energia mecânica aplicada no método depende de qual etapa é aplicada, o tipo de material de biomassa de pectina de partida, a quantidade de material de biomassa inicial contendo pectina usado na mistura, o pH da mistura e a temperatura da etapa de ativação. A quantidade de energia mecânica também pode influenciar a quantidade de tempo necessária para completar a ativação do material de biomassa contendo a corrente de partida para formar o material de biomassa que contém pectina ativada.

[045] Dispositivos para aplicação de energia mecânica podem ser uma bomba, um refinador, uma extrusora, uma bomba de lóbulo e / ou uma bomba centrífuga. A mistura pode ser circulada em um sistema de circuito fechado que inclui um recipiente de pressão (capaz de conter uma mistura de solvente aquecida),

um recipiente de refluxo, um trocador de calor, como trocador de calor de casco e tubo, e uma bomba para recircular a mistura de volta para o vaso, permitindo múltiplas passagens através da bomba no sistema. Qualquer bomba que possa exercer uma energia mecânica, tal como uma tensão de extensão biaxial, no fluido quando este passa através da bomba ou através do sistema pode ser usada. Exemplos incluem bombas de lóbulo rotativo (disponíveis, por exemplo, na Viking Pump, Inc., Cedar Falls, IA; Johnson Pump, Rockford, IL; e Wright Flow Technologies, Inc., Cedar Falls, IA); bombas centrífugas e bombas de transporte hidráulico (disponíveis, por exemplo, da Cornell Pump Company, Clackamas, OR; e Alfa Laval Inc., Richmond, VA) Outros dispositivos que podem ser usados singularmente ou em combinação para transmitir energia mecânica, como uma tensão extensional biaxial, incluem um refinador de placas, um refinador de disco, um refinador cônico, um formador de polpa hidráulico, uma extrusora, um moinho de fricção, um moinho de martelos, e um moinho de bolas. A explosão a vapor ou o alívio de pressão também podem ser usados para impactar a energia mecânica. Os métodos podem ser projetados como contínuos sem circular de volta ao recipiente de pressão.

[046] A bomba pode ser uma bomba de lóbulo rotativo, sozinha ou em combinação com outro tipo de bomba. A bomba de lóbulo rotativo é uma bomba de deslocamento positivo e pode ter uma configuração de lóbulo único, bilobular, trilobular ou multilobular. Durante a operação, dois rotores engrenam juntos e giram em direções opostas, formando cavidades entre os rotores e o alojamento da bomba. A mistura entra e preenche as cavidades, movendo-se através da bomba entre os lóbulos e o invólucro. O movimento dos lóbulos da bomba força a mistura através da porta de saída do lado de descarga da bomba e a mistura é ejetada da bomba. O movimento da mistura através da bomba expõe a mistura à energia mecânica, que separa as fibras celulósicas, pelo menos parcialmente, em fibrilas. A

energia mecânica pode incluir uma tensão extensional biaxial. A bomba de lóbulo pode bombear continuamente a mistura através do permutador de calor e de volta ao tanque ou recipiente de pressão durante um tempo definido. Os métodos podem ser projetados como contínuos sem circular de volta para o tanque ou recipiente de pressão.

[047] Esta energia mecânica transmitida, tal como pela ação da bomba, que pode induzir fluxo turbulento dentro da bomba e dentro do material de biomassa contendo pectina de partida, à medida que circula pelo sistema de circuito fechado ou pelo processo contínuo, abre a estrutura do componente celulósico, alterando visualmente a estrutura física do material à medida que assume uma aparência mais "fofa" ou "semelhante a algodão" quando examinado durante o processo. O fluxo turbulento leva a inversões de fluxo e, assim, extensão do material de biomassa contendo pectina de partida dentro da mistura. A energia mecânica fibrila, pelo menos, uma poro da fibra celulósica em fibrilas, aumentando a área superficial e, assim, a eficiência da etapa de ativação.

[048] A aplicação da energia mecânica pode transformar o material de biomassa inicial contendo pectina na mistura em sua estrutura fibrosa, criando uma rede aberta que permite maior acesso da solução ativadora à protopectina, de modo que a protopectina seja convertida em pectina solúvel dentro da estrutura fibrosa, em um exemplo, substancialmente toda a pectina torna-se facilmente solúvel em água, mesmo em água fria. A celulose microfibrilada pode estar na forma de partículas e pode ter um comprimento característico na gama de, ou cerca de, 1×10^{-6} m a cerca de 5.000×10^{-6} m, ou cerca de 100×10^{-6} m, para ou cerca de 3.000×10^{-6} m, a ou cerca de 500×10^{-6} metros a ou cerca de 3.000×10^{-6} m, ou a cerca de 1.000 a cerca de 3.000×10^{-6} m.

[049] A energia mecânica, como empregada no presente documento, definida quer em quilojoules (kJ) por quilograma de mistura seca (DM) na mistura,

quer em quilojoules por quilograma da mistura isto é, a suspensão compreendendo o material de biomassa contendo pectina de partida. A especificação do consumo de energia por kg de matéria seca é independente do peso total da mistura que está sendo pré-tratada e ativada. A quantidade de energia mecânica aplicada pode ser igual ou superior a 800 quilojoules por kg de matéria seca, ou na faixa de cerca de 800 a cerca de 15.000 kJ / kg de matéria seca. A energia mecânica à qual a mistura pode ser submetida pode ser pelo menos qualquer uma dentre 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, ou 15.000 kJ / kg, ou a mistura pode ser submetida a uma energia mecânica na faixa de ou aproximadamente até cerca de b, onde a é qualquer um dos valores de energia mecânica precedentes e b é qualquer um dos valores de energia mecânica precedentes, isto é, $a < b$, tal como de ou cerca de 1.400 kJ / kg a cerca de 7.900 kJ / kg, ou a ou cerca de 1.300 kJ / kg a ou cerca de 14.400 kJ / kg, etc. Por exemplo, para 1 kg de material (base seca) em 30 litros de álcool aquoso acidificado processado através de uma bomba de lóbulo (tipo APV, CL / 1/021/10) com um motor de bomba de 2 kW a 50 Hz que operou em 10 Hz (0,4 kW) durante um

período de 50 minutos (3.000 segundos), a energia transmitida à amostra foi de 0,4 kW x 3.000 segundos ou 1.200 quilojoules (por kg de matéria seca). A energia mecânica para a mistura pode ser igual ou superior a 36 quilojoules por quilograma da mistura, a 40 quilojoules maior por quilograma da mistura, ou a cerca de 60 quilojoules maior por quilograma da mistura.

[050] O consumo de energia mecânica por quilograma de matéria seca ou por quilograma da mistura depende do dispositivo mecânico. A entrada de energia pode se basear no tamanho do motor das bombas, ou dispositivo similar usado, levando em conta o uso do inversor de frequência, amperes e tensões. Por exemplo, ao usar uma bomba de lóbulo com uma frequência na faixa de 10-40 Hz, e um efeito na faixa de 0,4-1,6 kW, a circulação da mistura através da bomba de lóbulo de 20-156 passagens, corresponde à entrada de energia mecânica em o intervalo 800-8.600 kJ. Com essa bomba de lóbulo, o número de passagens pela bomba pode ser de 20 a 50 passes, o que corresponde a uma entrada de energia mecânica de 800-2.400 kJ. Esta modalidade exemplificativa é utilizada quando o material de biomassa contendo pectina de partida é casca de cítrico.

[051] As Tabelas 1-2 e o gráfico dos valores dos parâmetros de interpenetração macromolecular e da energia mecânica nas Figuras 1-2 são exemplos do efeito da energia mecânica quando adicionados à etapa A) abaixo, indicados como pré-tratamento e / ou para etapa B) indicada abaixo como ativação. Nestes exemplos, os seguintes dispositivos foram usados para adicionar energia: uma bomba de lóbulo pequena (2 kW); uma bomba de lóbulo grande (5,5 kW); uma bomba de lóbulo (2,2 kW); uma bomba centrífuga (7,5 kW); um Moinho de Cisalhamento Boston (11 kW); uma extrusora (8 kW); e um refinador (8 kW). As quantidades exemplificativas foram 1 kg de matéria seca (DM) em uma mistura de 30 kg e cerca de 20 kg de matéria seca em uma mistura aproximada de 360 kg. Uma diluição do material de biomassa inicial contendo pectina com álcool antes do

pré-tratamento pode ser feita para poder bombear o material. Quando o material de biomassa inicial contendo pectina é lavado com álcool, o pré-tratamento pode ser feito sem adição de álcool, como quando o bombeamento não é um problema com o tipo de equipamento usado. A diluição com álcool pode estar apenas na etapa de ativação. Quando o material de biomassa inicial contendo pectina não é diluído (por exemplo, usando casca de cítricos lavada com álcool), o pré-tratamento pode requerer menos entrada de energia.

[052] Para calcular as propriedades de energia mecânica na Tabela 1, os seguintes cálculos de exemplo podem ser usados:

1) Uma bomba de lóbulo tendo um motor de 2 kW a 50 Hertz, porém que está operando apenas a 10 Hertz, fornecendo um efeito de 0,4 kW. A bomba de lóbulo está funcionando 30 minutos (1.800 seg.), o que significa que a energia mecânica é: $0,4 \text{ kW} * 1.800 \text{ seg.} = 720 \text{ kJ}$. A suspensão sendo recirculada contém 1 kg de matéria seca (MS), de modo que a energia específica é de 720 kJ / kg de MS. O volume total da pasta é de 30 kg. A bomba funcionando a 10 Hertz fornece um fluxo de 860 kg / h, portanto, a polpa total que passa pela bomba em 30 minutos é de 430 kg. A pasta tem então $430 \text{ kg} / 30 \text{ kg} = 14,3$ passagens.

2) Uma bomba de lóbulo tem um motor de 2 kW a 50 Hertz e está operando nessa frequência. A bomba de lóbulo está funcionando 60 minutos (3.600 seg.), o que significa que a energia mecânica é: $2 \text{ kW} * 3.6000 \text{ seg.} = 7.200 \text{ kJ}$. A suspensão sendo recirculada contém 1 kg de matéria seca (MS), de modo que a energia específica é de 7200 kJ / kg de MS. O volume total da pasta é de 30 kg. A bomba funcionando a 50 Hertz fornece um fluxo de 4.300 kg / h, portanto, a polpa total que passa pela bomba em 60 minutos é de 4.300 kg. A pasta teve então $4.300 \text{ kg} / 30 \text{ kg} = 143$ passagens.

Tabela 1

Amostra	(Matéria seca (kg))	Dispositivo de pré-tratamento	Mistura total (kg)	Energia de pré-tratamento (kJ)	Energia específica de pré-tratamento (kJ/kg DM)	Mistura de energia específica de pré-tratamento (mistura de kJ/kg)	Dispositivo de ativação	Suspensão total (kg)	Energia de ativação (kJ)	Energia específica de ativação DM (kJ/kg DM)	Mistura de energia específica de ativação (mistura de kJ/kg)	Energia específica total DM (kJ/kg DM)	Mistura de energia específica total (mistura de kJ/kg)
1	1	BSM	30	1.386	1.386	46,2	Lóbulo pequeno	30	1.200	1.200	40,0	2.586	86,2
2	1	BSM	30	1.386	1.386	46,2	Nenhum	30	0	0	0,0	1.386	46,2
3	1	BSM	30	693	693	23,1	Lóbulo pequeno	30	1.200	1.200	40,0	1.893	63,1
4	1	BSM	30	693	693	23,1	Nenhum	30	0	0	0,0	693	23,1
5	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	1.200	1.200	40,0	1.200	40,0
6	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	2.400	2.400	80,0	2.400	80,0
7	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	4.800	4.800	160,0	4.800	160,0
8	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Nenhum	30	0	0	0,0	0	0,0
9	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	8.640	8.640	288,0	8.640	288,0
10	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	6.480	6.480	216,0	6.480	216,0
11	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	10.800	10.800	360,0	10.800	360,0
12	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	10800	10800	360,0	10800	360,0
13	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	1800	1800	60,0	1800	60,0
14	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	7.200	7.200	240,0	7.200	240,0

Amostra	(Matéria seca (kg))	Dispositivo de pré-tratamento	Mistura total (kg)	Energia de pré-tratamento (kJ)	Energia específica de pré-tratamento (kJ/kg DM)	Mistura de energia específica de pré-tratamento (mistura de kJ/kg)	Dispositivo de ativação	Suspensão total (kg)	Energia de ativação (kJ)	Energia específica de ativação DM (kJ/kg DM)	Mistura de energia específica de ativação (mistura de kJ/kg)	Energia específica total DM (kJ/kg DM)	Mistura de energia específica total (mistura de kJ/kg)
15	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	7.200	7.200	240,0	7.200	240,0
16	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	7.200	7.200	240,0	7.200	240,0
17	20	Refinado	360	2.400	120	6,7	Lóbulo + centrífuga	360	21.420	1.071	59,5	1.191	66,2
18	20	Refinado	360	2.400	120	6,7	Lóbulo + centrífuga	360	42.840	2142	119,0	2.262	125,7
19	20	Refinado	360	9.600	480	26,7	Lóbulo + centrífuga	360	32130	1.606,5	89,3	2.087	115,9
20	20	Refinado	360	9.600	480	26,7	Lóbulo + centrífuga	360	4.2840	2.142	119,0	2.622	145,7
21	20	Refinado	360	16.800	840	46,7	Lóbulo + centrífuga	360	21.420	1.071	59,5	1.911	106,2
22	20	Refinado	360	16.800	840	46,7	Lóbulo + centrífuga	360	32.130	1.606,5	89,3	2.447	135,9
23	20	Refinado	360	16.800	840	46,7	Lóbulo + centrífuga	360	42.840	2.142	119,0	2.982	165,7
24	20	Nenhum	360	0	0	0,0	Lóbulo + centrífuga	360	32.130	1.606,5	89,3	1.607	89,3
25	20	Nenhum	360	0	0	0,0	Lóbulo + centrífuga	360	53.550	2.677,5	148,8	2.678	148,8
26	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo grande	30	990	990	33,0	990	33,0
27	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo grande	30	1.980	1.980	66,0	1.980	66,0
28	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo grande	30	3.366	3.366	112,2	3.366	112,2

Amostra	(Matéria seca (kg))	Dispositivo de pré-tratamento	Mistura total (kg)	Energia de pré-tratamento (kJ)	Energia específica de pré-tratamento (kJ/kg DM)	Mistura de energia específica de pré-tratamento (mistura de kJ/kg)	Dispositivo de ativação	Suspensão total (kg)	Energia de ativação (kJ)	Energia específica de ativação DM (kJ/kg DM)	Mistura de energia específica de ativação (mistura de kJ/kg)	Energia específica total DM (kJ/kg DM)	Mistura de energia específica total (mistura de kJ/kg)
29	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo grande	30	5.346	5.346	178,2	5.346	178,2
30	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo grande	30	5.346	5.346	178,2	5.346	178,2
31	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo grande	30	891	891	29,7	891	29,7
32	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo grande	30	1.980	1.980	66,0	1980	66,0
33	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo grande	30	3.267	3.267	108,9	3.267	108,9
34	1	Nenhum	30	0	0	0,0	Lóbulo grande	30	5.247	5.247	174,9	5.247	174,9
35	1	Nenhum	4,2	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	12.000	12.000	400,0	12.000	400,0
36	1	Extrusora	4,2	725	725	172,6	Lóbulo pequeno	30	12.000	12.000	400,0	12.725	572,6
37	1	Extrusora	4,2	556	556	132,4	Lóbulo pequeno	30	12.000	12.000	400,0	1.2556	532,4
38	1	Nenhum	2,5	0	0	0,0	Lóbulo pequeno	30	12.000	12.000	400,0	12.000	400,0
39	1	Extrusora	2,5	180	180	72,0	Lóbulo pequeno	30	12.000	12.000	400,0	12.180	472,0
40	1	Extrusora	2,5	196	196	78,4	Lóbulo pequeno	30	12.000	12.000	400,0	12.196	478,4
41	1	Extrusora	2,5	196	196	78,4	Nenhum	30	0	0	0,0	196	78,4

Tabela 2

Amostra	Energia específica total (kJ/kg DM)	Energia específica total (Mistura de kJ/kg)	Temperatura (°C)	Tempo de aquecimento (minutos)	Número de passagens	Ácido nítrico 62% (mL/kg)	IV (dL/g)	Recuperação (%)	Parâmetro de interpenetração macromolecular
1	2.586	86,2	65	50	23	100	8,4	28,2	2,4
2	1.386	46,2	65	200	0	100	9,6	19,5	1,9
3	1.893	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	1.200	40,0	65	50	23	100	8,9	25,8	2,3
6	2.400	80,0	65	50	48	100	8,2	29,6	2,4
7	4.800	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	8.640	288,0	65	90	215	100	8	30,4	2,4
10	6.480	216,0	65	90	42	100	8	30,4	2,4
11	10.800	360,0	70	90	215	100	6,7	38,8	2,6
12	10.800	360,0	70	90	215	100	7,2	37,2	2,7
13	1.800	60,0	75	15	36	150	7,3	37,8	2,8
14	7.200	240,0	75	60	143	150	6,9	42,0	2,9
15	7.200	240,0	75	60	143	150	6,2	44,8	2,8
16	7.200	240,0	75	60	143	150	6,5	43,4	2,8
17	1.191	66,2	75	60	40	240	6,7	46,0	3,1
18	2.262	125,7	75	120	80	240	5,8	45,6	2,6
19	2.087	115,9	75	90	60	240	6,4	46,6	3,0
20	2.622	145,7	75	120	80	240	6,0	46,9	2,8
21	1.911	106,2	75	60	40	330	6,7	46,1	3,1
22	2.447	135,9	75	90	60	330	5,9	46,5	2,7
23	2.982	165,7	75	120	80	330	5,8	47,1	2,7
24	1.607	89,3	75	90	60	240	7,9	39,6	3,1
25	2.678	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	1.980	66,0	75	10	31	150	7,2	35,7	2,6
28	3.366	112,2	75	17	52	150	7,3	38,1	2,8

Amostra	Energia específica total (kJ/kg DM)	Energia específica total (Mistura de kJ/kg)	Temperatura (°C)	Tempo de aquecimento (minutos)	Número de passagens	Ácido nítrico 62% (mL/kg)	IV (dL/g)	Recuperação (%)	Parâmetro de interpenetração macromolecular
29	5.346	178,2	75	27	83	150	7,4	39,5	2,9
30	5.346	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	1.980	66,0	75	20	31	150	7,4	39,0	2,9
33	3.267	108,9	75	33	50	150	7,1	38,4	2,7
34	5.247	174,9	75	53	81	150	7,1	39,4	2,8
35	12.000	400,0	75	100	239	150	5,9	45,1	2,6
36	12.725	572,6	75	100	239	150	5,8	45	2,6
37	12.556	532,4	75	100	239	150	5,3	45,7	2,4
38	12.000	400,0	75	100	239	150	6,1	45	2,7
39	12.180	472,0	75	100	239	150	6,2	45,1	2,8
40	12.196	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

[053] Com referência aos dados nas Tabelas 1-2 e Figuras 1-2, quando o parâmetro de interpenetração macromolecular é representado graficamente em relação à energia mecânica introduzida, o que se segue pode ser retirado dos gráficos. Se a energia que é adicionada ao material de biomassa contendo pectina de partida, a casca de cítrico nestes exemplos, for de 800 kJ / kg de MS ou superior ou 36 kJ / kg da mistura, então o parâmetro de interpenetração macromolecular será de 2 ou maior. Com variações no equipamento, temperatura, pH e ponto de aplicação de energia mecânica, o parâmetro de interpenetração macromolecular é afetado. A funcionalidade do material de biomassa contendo pectina ativada aumenta com o aumento do parâmetro de interpenetração macromolecular. Assim, o método pode produzir um material de biomassa contendo pectina ativado com um parâmetro de interpenetração macromolecular de ou cerca de 2,3 ou superior quando se utiliza energia mecânica de ou cerca de 1.200 kJ / kg de MS ou maior ou cerca de 40 kJ / kg de mistura e um parâmetro de interpenetração macromolecular de ou cerca de 2,5 ou maior quando se utiliza energia mecânica a ou cerca de 1.900 kJ / kg de MS ou a cerca de 60 kJ / kg de mistura.

[054] Voltando, por exemplo, para a amostra 1 acima, uma diluição com álcool foi feita antes do pré-tratamento. Quantidade de material de biomassa contendo pectina de partida seca (lavado com álcool) = 1 kg (isto se refere tipicamente a 2,5 kg de biomassa contendo a pectina de partida úmida). Peso total da mistura no pré-tratamento = 30 kg. Entrada de energia no pré-tratamento = 1.386 quilojoules (kJ). Entrada de energia durante a ativação = 1.200 kJ. A entrada total de energia foi entrada de energia no pré-tratamento + entrada de energia durante a ativação = 2.586 kJ. Entrada de energia específica total (com base na matéria seca) = (entrada de energia total) / (quantidade de biomassa de partida seca contendo biomassa) = 2.586 kJ / 1 kg = 2.586 kJ / kg de MS. Entrada de energia específica

total (com base no peso total da pasta) = (entrada de energia total) / (peso total da pasta) = 2.586 kJ / 30 kg = 86,2 kJ / kg.

[055] Voltando, por exemplo, para a amostra 40, uma diluição com álcool foi feita após o pré-tratamento. Quantidade de pectina de partida seca contendo biomassa (lavada com álcool) = 1 kg (isto se refere tipicamente a 2,5 kg de biomassa contendo pectina de partida úmida). Peso total da mistura = 30 kg. Entrada de energia no pré-tratamento = 196 kJ. Entrada de energia durante a ativação = 12.000 kJ. Energia total de entrada = entrada de energia no pré-tratamento + entrada de energia durante a ativação = 12.196 kJ. Energia total específica (com base na matéria seca) = (entrada total de energia) / (quantidade de biomassa seca inicial contendo pectina) = 12.196 kJ / 1 kg = 12.196 kJ / kg. Energia total específica (com base no peso total da mistura) = (entrada total de energia durante o pré-tratamento) / (peso total da mistura durante o pré-tratamento) + (entrada total de energia durante a ativação) / (peso total da mistura durante a ativação) = 196 kJ / 2,5 kg + 12.000 kJ / 30 kg = 478 kJ / kg.

[056] O método para produzir as composições de biomassa contendo pectina ativada descritas no presente documento inclui separação da composição de biomassa contendo pectina ativada da mistura, referida coma etapa D). Depois de ativar e aplicar energia mecânica, a composição de biomassa contendo pectina agora ativada e a solução de ativação são separadas em uma fase líquida compreendendo a solução de ativação e uma fase compreendendo a composição de biomassa contendo pectina ativada. A fase contendo a composição de biomassa contendo pectina ativada pode ser ainda prensada, por exemplo, utilizando uma prensa de parafuso ou uma centrífuga decantadora. O método pode incluir drenagem, decantação ou filtração por membrana da mistura. Por exemplo, a mistura pode ser depositada em uma correia perfurada ou tela para permitir que a porção de fluido da mistura seja drenada. O excesso de fluido pode ser removido

pela aplicação de uma pressão, como por meio de uma prensa, como uma prensa hidráulica, uma prensa pneumática, uma prensa de rosca, uma prensa Vincent ou um cone prensa ou um extrator centrífugo ou qualquer combinação destes, formando uma composição de biomassa contendo pectina ativada desidratada.

[057] A composição de material de biomassa contendo pectina ativada compreende cerca de 40 por cento em peso de matéria seca e o líquido é composto principalmente por álcool e ácido. De modo a remover o ácido residual, a etapa de separação D) pode incluir a lavagem da composição de biomassa contendo pectina ativada em uma solução aquosa de um álcool contendo ou cerca de 40 a cerca de 90 por cento em peso de álcool até o pH do líquido de lavagem aumenta para cerca de 3 ou cerca de 5 ou cerca de 3,5 a cerca de 4,5. A lavagem com álcool também pode incluir um agente alcalinizante que possa neutralizar o ácido. Exemplos não limitativos de alcoóis que podem ser utilizados para lavar a composição contendo pectina ativada e drenada incluem álcool isopropílico, etanol, metanol e suas combinações. Agentes alcalinizantes exemplificativos incluem um sal de metal alcalino de um carbonato, bicarbonato ou hidróxido, tal como carbonato de potássio, bicarbonato de sódio ou hidróxido de sódio. Essa lavagem pode ser feita como um processo em batelada ou como um processo de contracorrente. A quantidade de álcool presente na lavagem com álcool pode ser aumentada nas lavagens subsequentes. Por exemplo, uma primeira lavagem com álcool pode incluir um teor alcoólico de 45% em peso; uma segunda lavagem com álcool pode incluir um teor de álcool de 55% em peso; e uma terceira lavagem com álcool pode incluir um teor alcoólico de 70% em peso ou mais. A utilização de uma lavagem com álcool com um teor de álcool de 70% em peso ou mais como etapa final de lavagem pode desidratar eficientemente a composição de biomassa contendo pectina ativada antes da secagem. Isso pode reduzir o tempo e a temperatura necessários para obter um produto seco com um teor de umidade específico. A presença do álcool também

pode ajudar a minimizar ou evitar a formação de ligações de hidrogênio entre fibrilas das fibras celulósicas da composição de biomassa contendo pectina ativada, minimizando assim ou impedindo a hornificação das fibras celulósicas quando da secagem. O processo pode incluir uma série de lavagens sucessivas de álcool com maiores concentrações de álcool para desidratar a fibra ativada.

[058] Após a etapa de separação, a composição de biomassa contendo pectina ativada, pode então ser submetida a tratamentos ou processamento a jusante, em linha ou fora de linha. No caso da utilização da composição de biomassa contendo pectina ativada para extração, a composição de biomassa contendo pectina ativada pode estar na forma de uma suspensão aquosa.

[059] A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ser seca de modo a que a composição de biomassa contendo pectina ativada esteja em uma forma seca. A temperatura durante a secagem deve ser controlada, de tal modo que a temperatura da composição de biomassa contendo pectina ativada não exceda cerca de 75-80°C de modo a não afetar a qualidade da composição de biomassa que contém pectina ativada. Métodos de secagem não limitativos exemplificativos incluem o uso de técnicas de separação mecânica para expressar a água das fibras, troca de solvente para deslocar a água residual, como por lavagem com uma solução de solvente orgânico, liofilização, secagem a vácuo, secagem por atomização, secagem por tambor com calor, secagem com um fluxo de ar, secagem instantânea, secagem em leito fluidizado, exposição a calor radiante e suas combinações. Um agente de secagem pode ser incluído no processo de secagem para inibir ainda mais as interações celulósica para celulósica. Exemplos não limitativos de agentes de secagem incluem xarope de glicose, xarope de milho, sacarose, dextrinas, maltodextrinas e suas combinações.

[060] A composição de biomassa contendo pectina ativada após secagem pode ser adicionalmente fragmentada, de tal modo que a composição de biomassa

contendo pectina ativada está em uma forma particulada seca, por exemplo, de pó. Exemplos não limitativos de métodos de fragmentação adequados incluem trituração, moagem e semelhantes. A fragmentação pode reduzir ainda mais o tamanho de partícula da composição de biomassa seca contendo pectina ativada para proporcionar um produto tendo propriedades de fluidez, dispersibilidade, hidratação e / ou manipulação melhoradas. As partículas podem ser trituradas para um tamanho de 300 µm ou menos. As partículas podem ser trituradas para um tamanho de 250 µm ou menos. As partículas podem ser trituradas até um tamanho de 200 µm ou menos. As partículas podem ser trituradas para um tamanho de 150 µm ou menos. As partículas podem ser trituradas até um tamanho de 125 µm ou menos. As partículas podem ser trituradas para um tamanho de 100 µm ou menos. As partículas podem ser fragmentadas até um tamanho de 75 µm ou menos. Por exemplo, as partículas podem ser trituradas para um tamanho desejado por moagem. Qualquer tipo de moinho pode ser usado. Por exemplo, qualquer um ou uma combinação de um moinho de martelos, um moinho de pinos, um moinho de discos, um moinho de batedores, um moinho de batedores cruzados, um micronizador de ar, um moinho a jato, um moinho classificador, um moinho de bolas e um moinho turbo pode ser usado.

[061] A composição de biomassa contendo pectina ativada pode ser um ingrediente alimentar. Isto é, não é um aditivo alimentar. Isso tem a vantagem de ser aceito pela indústria alimentícia e pelos consumidores críticos. A composição de biomassa contendo pectina ativada derivada de qualquer modo exemplificativo descrito no presente documento está compreendida em um produto. A composição de biomassa contendo pectina ativada como descrita no presente documento está compreendida em um produto. Tal produto pode ser um produto alimentar, mas não está limitado aos produtos alimentares.

[062] Vários aspectos e modalidades das composições de biomassa contendo pectina e métodos para a sua fabricação são descritos no presente documento. As características do assunto são descritas de tal modo que, dentro de aspectos particulares, uma combinação de características diferentes pode ser prevista. Para cada aspecto e cada característica descrita neste documento, todas as combinações que não afetam prejudicialmente os desenhos, composições, processos, ou métodos descritos no presente documento são contempladas e podem ser trocadas, com ou sem descrição explícita da combinação particular. Consequentemente, a menos que explicitamente citado de outro modo, qualquer aspecto, modalidade ou característica descrita no presente documento pode ser combinada para descrever desenhos, composições, processos ou métodos inventivos consistentes com a presente revelação.

[063] Vários tipos de intervalos são revelados na presente invenção. Quando uma faixa de qualquer tipo é revelada ou reivindicada, a intenção é divulgar ou reivindicar individualmente cada número possível que tal faixa poderia razoavelmente abranger, incluindo pontos finais da faixa assim como quaisquer subescalas e combinações de subintervalos englobados no presente documento.

[064] Valores ou intervalos podem ser expressos no presente documento como "cerca de", de "cerca de" um valor particular e / ou "cerca" de outro valor particular. Quando tais valores ou intervalos são expressos, outros aspectos revelados incluem o valor específico citado, a partir de um valor particular, e / ou para o outro valor particular. Da mesma forma, quando os valores são expressos como aproximações, pelo uso do precedente "cerca de", entender-se-á que o valor particular forma outro aspecto. Será entendido ainda que podem existir inúmeros valores aí revelados, e que cada valor é também no presente documento revelado como "cerca" desse valor particular além do próprio valor. Em aspectos, "cerca de"

pode ser usado para significar, por exemplo, dentro de 10% do valor citado, dentro de 5% do valor citado, ou dentro de 2% do valor citado.

[065] Concentrações e porcentagem são em porcentagem de peso, a menos que o contexto indique o contrário.

[066] Enquanto as composições e métodos são descritos no presente documento em termos de "compreendendo" vários componentes ou etapas, as composições e métodos podem também "consistir essencialmente em ou" consistir nos vários componentes ou etapas, a menos que indicado de outro modo.

[067] Os termos "um", "uma" e "o, a" pretendem incluir alternativas plurais, por exemplo, pelo menos um, a menos que especificado de outro modo.

[068] Com a finalidade de descrever e definir os presentes ensinamentos, observa-se que o termo "substancialmente" é utilizado no presente documento para representar o grau inerente de incerteza que pode ser atribuído a qualquer comparação quantitativa, valor, medida ou outra representação. O termo "substancialmente" também é empregado no presente documento para representar o grau pelo qual uma representação pode variar de uma referência declarada sem resultar em uma mudança na função básica da matéria em questão.

[069] Embora quaisquer métodos e materiais semelhantes ou equivalentes aos descritos no presente documento possam ser utilizados na prática ou teste da invenção, os métodos e materiais típicos são descritos no presente documento.

[070] Todas as publicações e patentes mencionadas no presente documento são incorporadas ao presente documento como referência com o propósito de descrever e divulgar, por exemplo, as construções e metodologias que são descritas nas publicações e patentes, que podem ser usadas em conexão com a invenção presentemente descrita.

Exemplos

[071] As composições e métodos de biomassa que contêm pectina ativada podem ser melhor compreendidos com os seguintes exemplos não limitativos. Estes são meramente exemplos para diferentes materiais de partida e energia mecânica adicionados ao método descrito para produção de uma composição de biomassa contendo pectina ativada e o produto compreendendo essa composição de biomassa contendo pectina ativada.

[072] Os seguintes protocolos foram utilizados para analisar o grau de esterificação (DE), o grau de ácido galacturônico (GA), uma viscosidade aparente (mPa-s), viscosidade intrínseca (dL / g), teor residual de açúcar (%), ligação de água g / g), SAG e porcentagem de recuperação (%).

Protocolo 1: Determinação do Grau de Esterificação e Grau de Ácido Galacturônico

[073] O grau de esterificação (DE) e o grau de ácido galacturônico (GA) foram medidos usando uma modificação do método apresentado em FAO JECFA Monographs 4 (2007). Foram adicionados 100 mL do álcool de ácido (100 mL de 50-60% de isopropanol + 5 mL de HCl fumigante a 37%) a 2,00 g de casca moída enquanto se agitava com um agitador magnético durante 10 minutos. A mistura foi filtrada ou passada através de um funil de Buchner com papel de filtro e o copo foi lavado com 6 x 15 mL de álcool de ácido e também filtrado ou passado através do funil de Buchner com papel de filtro. O filtrado foi então lavado primeiro com aproximadamente 1.000 mL de 50-60% de isopropanol e depois com aproximadamente 2 x 50 mL de 100% de isopropanol. A amostra foi então seca durante aproximadamente 2 horas e meia a 105°C.

[074] Amostras pesando aproximadamente 0,40 g foram medidas para determinação em duplicata (o desvio entre as determinações em duplicata não deve exceder 1,5% absoluto, caso contrário o teste seria repetido). As amostras foram

primeiramente umedecidas com aproximadamente 2 mL de 100% de isopropanol. Aproximadamente 50 mL de água isenta de dióxido de carbono foram então adicionados às amostras umedecidas enquanto se agitava com um agitador magnético. As amostras foram então avaliadas por titulação, quer por meio de um indicador ou usando um medidor de pH / autobureta.

[075] Titulação Usando Indicador. Foram adicionadas 5 gotas de indicador de fenolftaleína à amostra e titulou-se com NaOH 0,1 N até se observar uma mudança de cor (registrar a mesma como titulação de V_1). Foram adicionados 20,0 mL de NaOH 0,5 N com agitação e coberto com folha por exatamente 15 min. Foram adicionados 20,0 mL 0,5 N de HCl enquanto se agitava até a cor desaparecer. Foram adicionadas, então, 3 gotas de indicador de fenolftaleína e titulou-se com NaOH 0,1 N até se observar uma alteração de cor (registrar como titulação V_2). A fim de compensar possíveis imprecisões no balanceamento das duas porções de 20 mL de NaOH 0,5 N e HCl respectivamente, foi realizada uma chamada "medição cega" (isto é, 100 mL de água deionizada foram tratados da mesma forma que a solução de amostra incluindo as titulações). O último resultado da titulação foi então registrado como titulação B_1 . O grau de esterificação e o grau de ácido galacturônico foram então caracterizados pelos seguintes cálculos:

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

$$ii) \% DE \text{ (Grau de esterificação)} = [(V_2 - B_1) / V_1] * 100$$

$$(iii) \% GA \text{ (Grau do ácido galacturônico)} = \frac{194,1 * V_1 * N * 100}{\text{peso da amostra lavada e seca (mg)}}$$

em que N = normalidade corrigida para NaOH 0,1 N usada para titulação.

Protocolo 2: Determinação da Viscosidade (VIS)

[076] Uma solução a 2% de pectina é preparada a 25°C em um meio contendo hexametáfosfato de sódio. A viscosidade é determinada com um Viscosímetro Brookfield tipo LVT ou LVF após ajuste do pH para 4,0.

[077] O aparelho incluiu o seguinte:

1. Balanço analítico
2. Provetas; 400 mL e 2.000 mL
3. Agitador magnético e barras de agitação revestidas com teflon
4. medidor de pH com eletrodo combinado adequado
5. Cilindro de vidro com diâmetro de 50 ± 1 mm
6. Viscosímetro Brookfield tipo LVT ou LVF
7. Termômetro, 0 - 110°C
8. Frascos volumétricos; 250 mL e 1.000 mL
9. Sorológico (ou pipeta de medição); 10 mL

[078] Os produtos químicos utilizados foram hexametáfosfato de sódio (grau alimentício), hidrogeno carbonato de sódio (NaHCO_3) p.a. e 100% isopropanol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$).

[079] Um reagente era a solução de hexametáfosfato de sódio preparada como se segue: (i) dispersão de 1,11 g em 950 mL de água deionizada em um copo de 2.000 mL e agitação durante 15 minutos; (ii) transferência da solução quantitativamente para um balão volumétrico de 1.000 mL, enchimento a 1.000 mL com água deionizada; (iii) agitação durante 15 minutos. Uma nova solução deve ser preparada se o hexametáfosfato de sódio não estiver completamente dissolvido. O segundo reagente era a solução de bicarbonato de sódio preparada como se segue: (i) dissolução de 84,01 g em água deionizada e (ii) preenchimento até 1.000 mL com água deionizada.

[080] O procedimento foi o seguinte:

1. Pesagem de 4,00 g de amostra e transferência para um copo de 400 mL tarado contendo uma barra de agitação magnética.
2. Uso de uma pipeta sorológica para adicionar 10,0 mL de isopropanol para molhar a pectina. Colocação do copo no agitador magnético.

3. Adição de 180 mL de solução de hexametáfosfato de sódio à dispersão de pectina durante a agitação. Continuar a mistura por 1 hora a aproximadamente 700 rpm.

4. Colocação do eletrodo de pH na solução de pectina. Ajuste do pH para 3,95 - 4,05 por adição gota a gota de solução de bicarbonato de sódio.

5. Ajuste do peso líquido da solução de pectina para 200,0 g adicionando água deionizada.

6. Transferência da solução de pectina para o copo do cilindro. Ajuste da temperatura a 25°C colocando o copo do cilindro com solução em um banho de resfriamento ou aquecimento adequado.

7. Medição da viscosidade aparente em um Viscosímetro Brookfield tipo LVT ou LVF usando o fuso No. 3, a 60 rpm. Após 60 segundos de rotação, a leitura é realizada com precisão de 0,5 na escala.

Protocolo 3: Determinação da Viscosidade Intrínseca e Recuperação

[081] Aproximadamente 40 mg de amostra foram pesados e dispersos em 100 uL de etanol. Foram adicionados 40 mL de efluente e a mistura foi agitada utilizando um agitador magnético em um aquecedor de bloco a $75 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 30 minutos.

[082] A preparação do efluente para o efluente de 10 litros para o FIPA (Segurança: tampão de acetato de lítio de 0,3 M) foi a seguinte:

1. Colocação de aproximadamente 3 L de água Milli-Q em um copo graduado de 5.000 mL.

2. Adição de uma barra de agitação magnética e colocação em um agitador magnético para produzir um vórtice adequado durante todas as adições.

3. Pesagem de 125,6 g de hidróxido de lítio monoidratado em um recipiente de pesagem e transferência quantitativa para o copo graduado.

4. Pesagem de 0,20 g de azida de sódio em um recipiente de pesagem e transferência quantitativa para o béquer graduado.

5. Pesagem de 360,4 g de ácido acético glacial em um béquer de 500 mL e transferência quantitativa para o béquer graduado.

6. Quando todos os três produtos químicos estiverem dissolvidos, proceder com a adição de água Milli-Q a 5.000 mL e manutenção da agitação por 5 min.

7. Derramamento do conteúdo no recipiente de pressão.

8. Lavagem do béquer graduado com um volume total de 5.000 mL de água Milli-Q que é transferida para o recipiente de pressão, produzindo um total de 10 L de efluente.

9. O líquido é filtrado usando uma unidade de filtração de pressão com filtro Sartopore 2 da Sartorius ($0,45 + 0,2 \mu\text{m}$).

10. Após a preparação, verificação do pH do tampão, que deve ser de $4,6 \pm 0,1$.

[083] A amostra foi transferida para banho-maria a 5°C por 5 minutos para resfriamento à temperatura ambiente e como a amostra contém material não solúvel, ela deve ser dissolvida e filtrada manualmente (filtro de $0,45 \mu\text{m}$) antes de ser transferida para um frasco amostrador automático. A viscosidade intrínseca das amostras foi então determinada usando cromatografia de exclusão de tamanho (SEC). As moléculas foram separadas de acordo com seu tamanho por cromatografia de permeação em gel com o efluente da coluna de cromatografia passando por quatro detectores (Detector de Índice de Refração, Detector de Dispersão de Laser de Ângulo Direito, Detector de Dispersão de Luz de Ângulo Baixo e Detector de Viscosidade). O software da Viscotek converteu os sinais do detector do detector de viscosidade e do detector de índice de refração em viscosidade intrínseca.

[084] Um instrumento Viscotek TDA 302 FIPA montado com sistema de distribuição de solvente Viscotek bomns VE 1122 foi utilizado juntamente com o amostrador automático Thermo Separation Products AS 3000 com um módulo de preparação de amostra. As colunas incluíram o Thermo BioBasis SEC60 (150 x 7,8 mm) que foi conectado a um computador com o software OmniSEC para coleta de dados e cálculos. O tempo de execução no amostrador automático foi definido em 10 minutos e uma injeção de loop pleno de 25 µL foi usada. O instrumento Viscotek TDS 302 FIPA mede automaticamente a concentração de pectina solúvel na amostra, proporcionando assim a recuperação percentual da pectina.

Protocolo 4: Determinação do teor de açúcar residual

[085] Dez gramas de uma amostra foram medidos em um béquer de vidro de 600 mL. Adicionou-se 200 mL de isopropanol a 50% à amostra e agitou-se durante quatro horas em um agitador magnético à temperatura ambiente. A mistura foi transferida para um funil Buchner de acionamento a vácuo com papel de filtro e o copo foi lavado com 250 mL de isopropanol a 50% para assegurar a transferência e lavagem da amostra através do funil de Buchner com papel de filtro. A amostra foi então seca durante a noite (mínimo de 12 horas) a 65-70°C em um compartimento de secagem. O peso da amostra seca foi então determinado e o açúcar residual foi calculado:

$$\text{Açúcar Residual} = \frac{[(\text{peso da amostra seca} - \text{peso da amostra seca, lavada}) * 100]}{\text{peso da amostra seca}}$$

Protocolo 5: Determinação da Capacidade de Ligação à Água

[086] A capacidade de ligação à água foi medida por uma versão modificada do método AAC 56-30.01 descrito em Kael Eggie's *Development of an extruded flax-based feed ingredient* (2010). Foi adicionado 1,0 g de material a um tubo de centrífuga de 50 mL e pesado. Água deionizada foi adicionada ao tubo de centrifugação em pequenos incrementos não medidos, sendo agitada após cada

adição até a mistura estar completamente umedecida. O tubo e o seu conteúdo foram centrifugados a 3.000 rpm durante 10 minutos à temperatura ambiente. O sobrenadante foi descartado e, nos casos em que o sobrenadante não apareceu, mais água foi adicionada e a centrifugação foi repetida. A massa final do tubo e do recipiente foi registrada e a capacidade de ligação da água (WBC) foi calculada pela seguinte fórmula:

Capacidade de ligação da água = $(\text{peso tubo} + \text{peso sedimento}) - (\text{peso tubo} + \text{peso amostra})$

Protocolo 6: Determinação do SAG

[087] Este método é idêntico ao método 5 - 54 do comitê IFT sobre a padronização de pectina, além do fato de que ele é modificado para o uso de um agitador mecânico em vez de um espremedor de batatas.

[088] O aparelho incluiu o seguinte:

1. Balanço analítico
2. Balança de laboratório (carga máxima 3 - 5 kg, precisão 0,2 g)
3. Panela de aço inoxidável, 1,5 L, 15 cm de diâmetro
4. Placa elétrica, 15 cm de diâmetro, 1.500 W
5. Motor do agitador, velocidade ajustável, 500 – 1.000 rpm
6. Eixo de agitador (HETO, artigo nº 000240, nº de catálogo 0004259)
7. Provetas (1.000 mL e 150 mL)
8. Espátula
9. Cronômetro
10. Termômetro 100°C
11. Medidor de pH
12. SAG óculos e fita
13. Ridgelímetro
14. Fatiador de queijo
15. Refratômetro

16. Incubadora

[089] Os produtos químicos utilizados foram açúcar, ácido tartárico (488 g por litro de solução) e água deionizada.

[090] A preparação da geleia foi a seguinte:

1. Pesagem em copo de 1.000 mL 650 - (650 / x) g de açúcar, onde x = firmeza presumida da amostra.

2. Transferência de 20 - 30 g do açúcar pesado para um copo seco de 150 mL e adicionar a amostra pesada (o peso da amostra para usar em uma geleia é expresso em: 650 g / grau assumido).

3. Mistura completa da amostra e do açúcar no copo mexendo com a espátula.

4. Derramamento de 410 mL de água deionizada / destilada na panela de aço inoxidável tarada de 1.500 mL e colocação de um eixo de agitação na mesma. Derramamento da mistura de amostra / açúcar na água - tudo de uma vez - enquanto agitada a 1.000 rpm. É importante, o mais rapidamente possível, submergir a amostra / solução de açúcar na água e transferir quaisquer vestígios da amostra / açúcar no copo pequeno para a panela.

5. Continuar a mistura por dois minutos.

6. Após 2 minutos, a panela deve ser colocada no fogão elétrico pré-aquecido e mexida a 500 rpm.

7. Quando o conteúdo atingir uma fervura completa, o açúcar restante será adicionado, continuando o aquecimento e mistura até o açúcar estar dissolvido e até que o peso líquido do lote de geleia ser de 1.015 g. A placa elétrica deve ser ajustada de forma que todo o tempo de aquecimento da geleia seja de 5 a 8 minutos (carga máxima, 1.500 W).

8. Após a pesagem do lote de 1.015 g na balança de laboratório, o mesmo é deixado em repouso na mesa por um minuto. Em seguida a panela será inclinada,

de modo que o conteúdo esteja prestes a transbordar sendo retirada rapidamente qualquer espuma. O termômetro é colocado no lote e a mistura continua suavemente até que a temperatura atinja exatamente 95°C.

9. O lote é rapidamente derramado em dois copos SAG preparados previamente, cada um contendo 1,75-2,25 mL de solução de ácido tartárico e equipado com fita adesiva que permite o enchimento até aproximadamente 1 cm acima das abas.

10. Após 15 minutos, os copos são cobertos com as tampas, e quando a temperatura atingir 30 - 35°C, os mesmos são colocados em uma incubadora a $25 \pm 3^\circ\text{C}$ por 20 - 24 horas.

[091] As propriedades da gelatina foram medidas da seguinte forma:

1. Após 20 - 24 horas de armazenamento das geleias, as tampas dos vidros são retiradas e a fita removida. Usando um cortador de queijo, a camada superior foi cortada e descartada.

2. Em seguida, a geleia do vidro é cuidadosamente invertida e vertida em uma placa de vidro quadrada fornecida com Ridgelmétro.

3. O cronômetro é iniciado uma vez que a geleia esteja na placa de vidro. Se a geleia se inclinasse ligeiramente para um lado, isso seria corrigido inclinando suavemente a placa de vidro na outra direção.

4. A placa e a geleia são cuidadosamente colocadas na base do Ridgelmétro, de modo que a geleia fique centralizada sob o parafuso micrométrico, que deve então ser parafusado próximo à superfície da geleia.

5. Dois minutos após o início do cronômetro, a ponta do parafuso micrométrico é colocada em contato com a superfície gelatinosa e a leitura do Ridgelmétro registrada com a precisão de 0,1.

6. O pH é medido, o qual deve estar entre 2,2 e 2,4. Caso contrário, a amostra deve ser testada novamente.

[092] O grau de gelatina da amostra é calculado da seguinte forma:

1. Com o emprego da tabela de calibração do Ridgelmétro, é convertida a leitura do Ridgelmétro para um Fator 1 (vide a figura 1).
2. Usando a tabela de correção de sólidos solúveis, os sólidos solúveis medidos são convertidos em um Fator 2 (vide a figura 2).
3. Ao multiplicar o grau assumido do teste pelos fatores de correção, o grau verdadeiro é obtido usando a seguinte fórmula:

$$\text{Grau assumido} \times \text{Fator 1} \times \text{Fator 2} = \text{classe verdadeira}$$

Tabela 3:

% SAG de leitura de Ridgelmétro	Fator 1		% SAG de leitura de Ridgelmétro	Fator 1		% SAG de leitura de Ridgelmétro	Fator 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

% SAG de leitura de Ridgelímetro	Fator 1		% SAG de leitura de Ridgelímetro	Fator 1		% SAG de leitura de Ridgelímetro	Fator 1
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

Tabela 4

Valores de Correlação Calculados para Análise SAG "Trocada"

Porcetagem SS	Fator de Correção 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

Porcetagem SS	Fator de Correção 2
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

Exemplo 1

[093] A casca de laranja fresca foi lavada em álcool utilizando os métodos descritos na Patente US Número 8.322.513 e depois prensada manualmente seguido de uma segunda lavagem / prensa consecutiva para formar material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool. O álcool seco lavado a partir do material de biomassa contendo pectina foi então dividido em quatro amostras - Amostras 1, 2, 3 e 4.

[094] Amostra 1 (ativada / sem energia mecânica): 2.500 gramas (matéria seca) de biomassa de pectina lavada com álcool foram ativados por contato do material com álcool e ácido a 60°C durante 1 hora sem estar sujeito a energia mecânica. A quantidade de ácido que foi usada foi selecionada para corresponder à quantidade de ácido usada em uma extração de casca seca (0,1 mL de ácido / grama de casca): 2.500 gramas de casca seca, 250 mL de ácido nítrico a 62%; 20 L 60% de álcool isopropílico. Após ativação convencional - isto é, sem energia mecânica - a amostra foi resfriada a 25°C e foi drenada. A amostra drenada foi então lavada com 100 L de álcool isopropílico a 60% e depois seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[095] Amostra 2 (energia ativada / mecânica): 1.000 gramas (matéria seca) de biomassa de pectina lavada com álcool foram ativados por contato do material com álcool e ácido a 70°C durante 1 hora com energia mecânica de 10.800 quilo joules. A quantidade de ácido que foi usada foi selecionada para corresponder à quantidade de ácido usada em uma extração de casca seca (0,1 mL de ácido / grama de casca): 1.000 gramas de casca seca, 100 mL de ácido nítrico a 62%; 30 L álcool isopropílico a 60%.

[096] A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada a 5.200 L / h de um recipiente (KOFA ApS, volume 25 L) através de um tubo trocador de calor (3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm; 2 tubos de ar, cada um com diâmetro de 3,81 cm (1 1/2")) e de volta para o recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operou a 50 Hz.

[097] Depois de ser ativada com energia mecânica, a mistura da amostra foi resfriada a 15°C e depois drenada usando uma prensa Vincent (modelo CP -4). A amostra drenada foi então lavada convencionalmente duas vezes, em que cada lavagem foi realizada durante 5 minutos em 30 L de álcool isopropílico a 60% com um ajuste de pH para 3,5 utilizando carbonato de sódio a 10%. A amostra lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[098] Amostra 3 (não ativada / nenhuma energia mecânica): 30 gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina lavada com álcool foram moídos em um tamanho de partícula de 250 micra.

[099] Amostra 4 (energia mecânica/não ativada): Trinta gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina lavada com álcool foram suspensos em 3 L de água deionizada e depois passados através de um homogeneizador

(homogeneizador APV Rannie 1000, tipo 12,50 registro número 113, Copenhagen Dinamarca) duas vezes a 30.000 kPa para transmitir energia mecânica comparável à da Amostra 2. A amostra homogeneizada foi misturada com 6 L de isopropanol a 100% e depois drenada em tecido de nylon de 60 µm. A amostra drenada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas, após o que a amostra seca foi moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0100] Uma casca de laranja lavada com água tradicional e seca foi obtida e dividida em quatro amostras - Amostras 5, 6, 7 e 8.

[0101] Amostra 5 (energia ativada/não mecânica): Quinhentos gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina de partida lavada com água foram ativados contatando o material com 15 L de etanol a 60% e 50 mL de ácido nítrico a 62% a 65°C por 2 horas sem ser submetido a energia mecânica. Após ativação convencional - isto é, sem energia mecânica - a amostra foi resfriada a 25°C e depois foi drenada. A amostra drenada foi então lavada com 15 L de etanol a 60% com um ajuste de pH para 4,0 com carbonato de sódio a 10% e depois seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0102] Amostra 6 (energia ativada / mecânica): Mil gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina de partida lavada com água foram ativados contatando o material com 30 L de etanol a 60% e 100 mL de ácido nítrico a 62% a 70°C por 1 hora com energia mecânica de 10.800 quilojoules.

[0103] A energia mecânica foi induzida por bombeamento em recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada a 5.200 L / h de um recipiente (KOFA ApS, volume 25 L) através de um tubo trocador de calor (3 metros de comprimento; 15,24 cm (6") de diâmetro externo; 2 tubos de ar, cada um com

diâmetro de 3,81 cm (1 1/2")) e de volta para o recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operou a 50 Hz.

[0104] Depois de ser ativada com energia mecânica, a mistura da amostra foi resfriada a 15°C e depois drenada usando uma prensa Vincent (modelo CP-4). A amostra drenada foi então lavada convencionalmente durante 5 minutos em 30 L de etanol a 60% com um ajuste de pH para 4,0 utilizando 10% de carbonato de sódio. A amostra lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0105] Amostra 7 (energia não ativada / não mecânica): Trinta gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina lavada com água foram moídos a um tamanho de partícula de 250 micra.

[0106] Amostra 8 (energia não ativada / mecânica): Trinta gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina lavada com água foram suspensos em 3 L de água deionizada e depois passados através de um homogeneizador (homogeneizador APV Rannie 1000, tipo 12,50 Reg. número 113, Copenhagen Denmark) duas vezes a 30.000 kPa para transmitir energia mecânica comparável à amostra, como na Amostra 2. A amostra homogeneizada foi misturada com 6 L de isopropanol a 100% e depois drenada em tecido de náilon de 60 µm. A amostra drenada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas, após o que a amostra seca foi moída até um tamanho de partícula de 250 µm.

[0107] A recuperação (% de pectina solúvel na amostra), a viscosidade intrínseca (da pectina extraída da amostra), teor residual de açúcares (% em peso da amostra), grau de esterificação da pectina na amostra (DE), grau de ácido galacturônico da amostra (GA), viscosidade aparente (VIS) da amostra em uma solução a 2% / dispersão em pH 4, e capacidade de ligação à água da amostra

(gramas de água / gramas de matéria seca) foram medidos e o parâmetro de interpenetração macromolecular foi calculado. Os resultados estão resumidos na tabela abaixo.

Tabela 5

Amostr a	Ativada	ME	Recuperação (%)	IV (dL/g)	Interpe- netração macro- molecula r (dL/g)	Açúcar residua l (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	Ligaçã o a água (g/g)
1	Sim	Nã o	34	10	3,40	2,3	72, 8	49, 8	1020	n/a
2	Sim	Sim	38,4	9,1	3,49	2,6	73, 4	48, 8	1810	15
3	Não	Nã o	18,4	9,8	1,80	12,2	74, 6	44	240	13,9
4	Não	Sim	22,8	7,6	1,73	12,2	74, 6	44	270	22,6
5	Sim	Nã o	19,5	10	1,95	0,97	67, 6	45	90	NA
6	Sim	Sim	39,4	7,7	3,03	0,7	67, 4	49, 4	1188	18,3
7	Não	Nã o	19,9	7	1,39	13,5	67, 5	42, 6	54	9,6
8	Não	Sim	23,2	6	1,39	13,5	67, 5	42, 6	92	12,6

[0108] Como ilustrado na Tabela 5, a amostra lavada com álcool que foi ativada em energia mecânica tem uma viscosidade aparente maior do que a amostra comparável ativada sem estar em energia mecânica. De fato, todas as amostras que foram submetidas à energia mecânica tiveram uma viscosidade aparente maior do que a viscosidade aparente de suas comparáveis que sofreram energia mecânica.

[0109] Além disso foi ilustrado que as amostras que foram submetidas a energia mecânica também têm uma maior recuperação de pectina. Este resultado é surpreendente, uma vez que se acreditava convencionalmente que a exposição do material de biomassa inicial contendo pectina a energia mecânica superior a 1.200 quilojoules por kg de matéria seca iria partir ou desintegrar o material de uma forma que separasse a solução de ativação, e também a extração da pectina a partir do rendimento de pectina mais difícil e, conseqüentemente, indesejavelmente.

[0110] O parâmetro de interpenetração macromolecular da Amostra 2 indica que uma composição contendo pectina que é lavada com álcool e subsequentemente ativada em energia mecânica tem a maior funcionalidade desejável.

Exemplo 2

[0111] A casca da laranja fresca foi lavada em álcool utilizando os métodos descritos na Patente US número 8322513 e depois prensada manualmente, seguido de uma segunda lavagem / prensa consecutiva para formar material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool. O álcool seco lavado a partir do material de biomassa contendo pectina foi então dividido em duas amostras, as Amostras 1 e 2.

[0112] Amostra 1 (lavada com álcool / ativada): Foram ativados 1.000 gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina lavada com álcool por contato com o material e com ácido a 70°C durante 1 hora com energia mecânica de 10.800 quilojoules. A quantidade de ácido que foi usada foi selecionada para corresponder à quantidade de ácido usada em uma extração de casca seca (0,1 mL de ácido / grama de casca): 1.000 gramas de casca seca, 100 mL de ácido nítrico a 62%; 30 L de álcool isopropílico a 60%.

[0113] A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada a 5.200 L / h de um recipiente (KOFA ApS, volume 25 L) através de um tubo trocador de calor (3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6")); 2 tubos de ar, cada um com diâmetro de 3,81 cm (1 1/2")) e de volta para o recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operou a 50 Hz.

[0114] Depois de ser ativada com energia mecânica, a mistura da amostra foi resfriada a 15°C e depois drenada usando uma prensa Vincent (modelo CP -4). A

amostra drenada foi então lavada convencionalmente duas vezes, em que cada lavagem foi realizada durante 5 minutos em 30 L de álcool isopropílico a 60% com um ajuste de pH para 3,5 utilizando carbonato de sódio a 10%. A amostra lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0115] Amostra 2 (lavada com álcool / ativada): A Amostra 2 foi preparada de forma semelhante à Amostra 1, exceto que a Amostra 2 foi ativada a uma temperatura de 40°C.

[0116] Foi obtida a casca de laranja seca, lavada com água convencional e dividida em duas amostras - Amostras 3 e 4.

[0117] Amostra 3 (lavada / ativada com água): Mil gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina de partida lavada com água foram ativados contatando o material com 30 L de etanol a 60% e 100 mL de ácido nítrico a 62% a 70°C. 1 hora com energia mecânica de 10.800 quilojoules.

[0118] A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada a 5.200 L / h de um recipiente (KOFA ApS, volume 25 L) através de um tubo trocador de calor (3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6")); 2 tubos de ar, cada um com diâmetro de 3,81 cm (1 1/2")) e de volta para o recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operou a 50 Hz.

[0119] Depois de ser ativada com energia mecânica, a mistura da amostra foi resfriada a 15°C e depois drenada usando uma prensa Vincent (modelo CP -4). A amostra drenada foi então lavada convencionalmente durante 5 minutos em 30 L de etanol a 60% com um ajuste de pH para 4,0 utilizando 10% de carbonato de sódio. A amostra lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C

durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0120] Amostra 4 (lavada com água / ativada): A Amostra 4 foi preparada de modo semelhante à Amostra 3, exceto que a Amostra 4 foi ativada a uma temperatura de 40°C.

[0121] A recuperação (% de pectina solúvel na amostra), a viscosidade intrínseca (da pectina extraída da amostra), teor residual de açúcares (% em peso da amostra), grau de esterificação da pectina na amostra (DE), grau de ácido galacturônico da amostra (GA), viscosidade aparente (da solução com a amostra dissolvida ou dispersa), e capacidade de ligação à água da amostra (gramas de água / gramas de matéria sólida) foram medidos e o parâmetro de interpenetração macromolecular foi calculado. Os resultados estão resumidos na tabela abaixo.

Tabela 6

Amostra	Recuperação (%)	IV (dL/g)	Interpenetração macromolecular (dL/g)	Açúcar residual (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa.s)	Ligação de Água (g/g)
1	38,4	9,1	3,49	2,6	73,4	48,8	1.810	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	1.188	18,3
4	28,3	8,3	2,35	0,97	68,4	45,9	266	16,2

[0122] As amostras mostram que a viscosidade aparente da propriedade funcional é muito maior nas amostras que foram submetidas a tratamento mecânico a 70°C do que aquelas que foram tratadas a 40°C. Isso indica que o processamento do material de biomassa inicial contendo pectina em temperaturas superiores a 40°C resultam em material com maior funcionalidade em comparação com materiais processados a temperaturas inferiores a 40°C.

Exemplo 3

[0123] Casca de laranja fresca foi lavada em álcool utilizando os métodos descritos na Patente US número 8322513 e então prensada manualmente, seguido de uma segunda lavagem / prensa consecutiva e depois seca para formar material

de biomassa contendo pectina de partida seca lavada com álcool. O material seco de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool foi então dividido em duas amostras - Amostras 1 e 2.

[0124] Amostra 1 (seca / sem energia mecânica): Dois mil e quinhentos gramas (matéria seca) de biomassa lavada com pectina a partir do álcool foram ativados por contato do material com álcool e ácido a 70°C durante 1 hora sem ser submetido a energia mecânica. A quantidade de ácido que foi usada foi selecionada para corresponder à quantidade de ácido usada em uma extração de casca seca (0,1 mL de ácido / grama de casca): Dois mil e quinhentos gramas de casca seca, 250 mL de ácido nítrico a 62%; 20 L 60% de álcool isopropílico. Após ativação convencional - isto é, sem energia mecânica - a amostra foi resfriada a 25°C e foi drenada. A amostra drenada foi então lavada com 100 L de álcool isopropílico a 60% e depois seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0125] Amostra 2 (seca / energia mecânica): Mil gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina lavada com álcool foram ativados por contato do material com álcool e ácido a 70 durante 1 hora com energia mecânica de 10.800 quilojoules. A quantidade de ácido que foi usada foi selecionada para corresponder à quantidade de ácido usada em uma extração de casca seca (0,1 mL de ácido / grama de casca): Mil gramas de casca seca, 100 mL de ácido nítrico a 62%; 30 L álcool isopropílico a 60%.

[0126] A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada a 5.200 L / h de um recipiente (KOFA ApS, volume 25 L) através de um tubo trocador de calor (3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6")); 2 tubos de ar, cada um com

diâmetro de 3,81 cm (1 1/2")) e de volta para o recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operou a 50 Hz.

[0127] Depois de ser ativada com energia mecânica, a mistura da amostra foi resfriada a 15°C e depois drenada usando uma prensa Vincent (modelo CP -4). A amostra drenada foi então lavada convencionalmente duas vezes, em que cada lavagem foi realizada durante 5 minutos em 30 L de álcool isopropílico a 60% com um ajuste de pH para 3,5 utilizando carbonato de sódio a 10%. A amostra lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0128] A casca de laranja fresca foi lavada em álcool utilizando os métodos descritos na Patente US número 8.322.513 para formar material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool e prensada.

[0129] Amostra 3 (úmida / energia mecânica): Novecentos e cinquenta gramas (substância seca) de material de biomassa contendo pectina de partida e lavada com álcool e prensada foi ativada por contato do material com álcool e ácido a 70°C durante 1 hora com energia mecânica de 10.800 quilojoules . A quantidade de ácido que foi usada foi selecionada para corresponder à quantidade de ácido usada em uma extração de casca seca (0,1 mL de ácido / grama de casca): 1.000 gramas de casca seca, 100 mL de ácido nítrico a 62%; 30 L álcool isopropílico a 60%.

[0130] A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada a 5.200 L / h de um recipiente de aço inoxidável de 25 L (sem agitação) através de um tubo trocador de calor (3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6")); 2 tubos de ar, cada um com diâmetro de 3,81 cm (1 1/2")) e de volta ao recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operou a 50 Hz.

[0131] Depois de ser ativada com energia mecânica, a mistura da amostra foi resfriada a 15°C e depois drenada usando uma prensa Vincent (modelo CP -4). A amostra drenada foi então lavada convencionalmente duas vezes, em que cada lavagem foi realizada durante 5 minutos em 30 L de álcool isopropílico a 60% com um ajuste de pH para 3,5 utilizando carbonato de sódio a 10%. A amostra lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0132] A recuperação (% de pectina solúvel na amostra), a viscosidade intrínseca (da pectina extraída da amostra), teor residual de açúcares (% em peso da amostra), grau de esterificação da pectina na amostra (DE), grau de ácido galacturônico da amostra (GA), viscosidade aparente (da solução com a amostra dissolvida ou dispersa), e capacidade de ligação à água da amostra (gramas de água / gramas de matéria sólida) foram medidos e a parâmetro de interpenetração macromolecular foi calculado. Os resultados estão resumidos na tabela abaixo.

Tabela 7

Amostr a	Recup eração (%)	IV (dL/g)	Interpe netraçã o macro molecu lar (dL/g)	Açúcar residua l (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa,s)	Ligaçã o de Água (g/g)	SAG
1	34	10	3,40	2,3	72,8	49,8	1.020	n/a	111
2	38,4	9,1	3,49	2,6	73,4	48,8	1.810	15	122
3	50,7	9,1	4,61	2,1	73,5	50	3.100	24,6	142

[0133] Como ilustrado na Tabela 7, a viscosidade aparente da propriedade funcional é muito maior na amostra em que o material de biomassa contendo pectina de partida foi lavado, mas não foi subsequentemente seco. Isto mostra que pode ser desejável, em certos casos, evitar a secagem do material de biomassa contendo pectina de partida lavada antes da ativação (contatar o material de biomassa contendo pectina de partida com uma solução ativadora e sujeitar a mistura a

energia mecânica). Também como ilustrado na tabela, a propriedade funcional SAG segue o mesmo padrão que a viscosidade da propriedade funcional.

Exemplo 4

[0134] Casca de laranja fresca foi lavada em álcool utilizando os métodos descritos na Patente US número 8.322.513 e depois prensado manualmente, seguido de uma segunda lavagem / prensa consecutiva para formar material de biomassa contendo pectina de partida lavada e seca com álcool.

[0135] A amostra 1: Mil gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina lavada com álcool foram ativados por contato do material com álcool e ido a 70 durante 1 hora com energia mecânica de 10.800 quilojoules. A quantidade de ácido que foi usada foi selecionada para corresponder à quantidade de ácido usada em uma extração de casca seca (0,1 mL de ácido / grama de casca): 1.000 gramas de casca seca, 100 mL de ácido nítrico a 62%; 30 L álcool isopropílico a 60%.

[0136] A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada a 5.200 L / h de um recipiente (KOFA ApS, volume 25 L) através de um tubo trocador de calor (3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6")); 2 tubos de ar, cada um com diâmetro de 3,81 cm (1 1/2")) e de volta para o recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operou a 50 Hz.

[0137] Depois de ser ativada com energia mecânica, a mistura da amostra foi resfriada a 15°C e depois drenada usando uma prensa Vincent (modelo CP -4). A amostra drenada foi então lavada convencionalmente duas vezes, em que cada lavagem foi realizada durante 5 minutos em 30 L de álcool isopropílico a 60% com um ajuste de pH para 3,5 utilizando carbonato de sódio a 10%. A amostra lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A

amostra seca foi então moída e depois peneirada em um crivo de 100 micra para que todas as amostras tivessem o mesmo tamanho de malha.

[0138] Amostra 2: A casca de laranja fresca foi lavada em álcool usando os métodos descritos na Patente US número 8.322.513 e depois prensada à mão, seguido de uma segunda lavagem / prensa consecutiva para formar material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool.

[0139] Novecentos e cinquenta gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool umedecido, foram ativados por contato do material com álcool e ácido a 70 durante 1 hora com energia mecânica de 10.800 quilojoules. A quantidade de ácido que foi usada foi selecionada para corresponder à quantidade de ácido usada em uma extração de casca seca (0,1 mL de ácido / grama de casca): 1.000 gramas de casca seca, 100 mL de ácido nítrico a 62%; 30 L álcool isopropílico a 60%.

[0140] A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada a 5.200 L / h de um recipiente de aço inoxidável de 25 L (sem agitação) através de um tubo trocador de calor (3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6") ; 2 tubos de ar, cada um com um diâmetro de 3,81 cm (de 3,81 cm (1 1/2") e de volta ao recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operou a 50 Hz.

[0141] Depois de ser ativada com energia mecânica, a mistura da amostra foi resfriada a 15°C e depois drenada usando uma prensa Vincent (modelo CP-4). A amostra drenada foi então lavada convencionalmente duas vezes, em que cada lavagem foi realizada durante 5 minutos em 30 L de álcool isopropílico a 60% com um ajuste de pH para 3,5 utilizando carbonato de sódio a 10%. A amostra lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A

amostra seca foi então moída e depois peneirada em um crivo de 100 micra para que todas as amostras fossem do mesmo tamanho de malha.

[0142] Também foram obtidas quatro amostras comparativas, todas tendo sido peneiradas em um crivo de 100 micra. Estas amostras comparativas eram produtos comerciais de fibra de cítricos, como indicado na Tabela abaixo:

Tabela 8

Amostras Comerciais	Denominação Comercial	Número Batelada Comercial
C 1	CitriFi 100M40	R13162M40
C 2	Herbacel AQ Plus citrus	31210020
C 3	FiberGel Citrus 5100	510015M21A
C 4	Ceamfibre 7000	PT52825

[0143] A recuperação (% de pectina solúvel na amostra), a viscosidade intrínseca (da pectina extraída da amostra), teor residual de açúcares (% em peso da amostra), grau de esterificação da pectina na amostra (DE), grau de ácido galacturônico da amostra (GA), viscosidade aparente (da solução com a amostra dissolvida ou dispersa), capacidade de ligação à água da amostra (gramas de água / gramas de matéria sólida) e SAG da amostra foram medidos e o parâmetro de interpenetração macromolecular foi calculado. Os resultados estão resumidos na tabela abaixo.

Tabela 9

Amostr a	Recup eração (%)	IV (dL/g)	Interpe netraç ão macro molecu lar (dL/g)	Açúcar residua l (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa,s)	Ligaçã o de Água (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	Sem gel
C 3	20,9	2,7	0,56	39,6	6,6	43,8	10	8,1	Sem gel
C 4	0,6	2,2	0,01	N/A	19	3,5	4	7,1	Sem

									gel
--	--	--	--	--	--	--	--	--	-----

[0144] Como ilustrado na Tabela 9, nenhuma das amostras comparativas tem um parâmetro de interpenetração macromolecular que é maior e, portanto, em comparação com as Amostras 1-2, tem menor funcionalidade. Além disso, as amostras 1-2 têm maior viscosidade aparente e capacidade de ligação à água, bem como, ao contrário das amostras comparativas, têm a capacidade de gelificar. Estes resultados mostram a superioridade funcional de exemplos de composições de biomassa contendo pectina da presente descrição em comparação com composições de biomassa convencionais contendo pectina.

Exemplo 5

[0145] Casca de laranja fresca foi lavada com álcool utilizando os métodos descritos na Patente US Número 8.322.513 e depois prensada à mão, seguida de uma segunda lavagem / prensa consecutiva e depois seca a 65°C durante 10 horas para formar um material de biomassa contendo pectina de partida seco, lavado com álcool (5-10% de umidade residual).

[0146] Casca de laranja fresca foi lavada com álcool utilizando os métodos descritos na Patente US Número 8.322.513 e depois prensada à mão, seguido de uma segunda lavagem / prensa consecutiva para formar material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool (35-45% de matéria seca).

[0147] Amostras Pré-tratadas (Amostras 1-4): Uma mistura de 1.000 gramas (matéria seca) de álcool seco lavado a partir de material de biomassa contendo pectina e uma solução de ativação (100 mL de ácido nítrico a 62%: 30 L 60% de álcool) para cada amostra foi submetida a pré-tratamento sendo passada uma vez através de um Boston Shear Mill (BSM) à temperatura ambiente (modelo BSM-25 com um tamanho de motor de 15 HP (11 kW) e um diâmetro de saída de 2,54 cm (1"). A mistura pré-tratada para cada amostra foi posteriormente processada. A quantidade de energia mecânica transmitida às Amostras 1, 2, 3 e 4, pelo Boston Shear Mill foi calculada a partir do efeito do BSM e do tempo para processar a

amostra. Para a amostra 1 e 2, o tempo para processar os 33 litros através do BSM foi de 125 segundos; a energia adicionada à amostra foi de $11 \text{ kW} \times 125 \text{ segundos}$, ou 1.380 quilojoules. Para as amostras 3 e 4, o fluxo foi maior e o tempo de processamento foi de apenas 63 segundos, portanto, a energia adicionada foi de 690 kJ (por kg de matéria seca).

[0148] Amostra 2 e Amostra 4: Para cada amostra, a mistura pré-tratada foi transferida para um saco de plástico fechado e colocada a 65°C durante 3-4 horas sem entrada mecânica. A amostra foi subsequentemente drenada, lavada em 20 L de 80% de álcool isopropílico a pH 4. Em seguida, a amostra foi drenada, prensada e seca. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0149] Amostra 1 e Amostra 3: Para cada amostra, a mistura pré-tratada (material, álcool e ácido) foi posteriormente processada em um sistema *inator*. A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada a cerca de 1.000 L / h de um recipiente de aço inoxidável de 25 L (sem agitação) através de um trocador de calor de tubo (3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6")); 2 tubos de ar, cada um com um diâmetro de 3,81 cm (de 3,81 cm (1 1/2")) mantendo uma temperatura de 65°C e de volta ao recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operou a 10 Hz por um período de 50 minutos (3.000 segundos), incluindo aquecimento (15 minutos) e resfriamento (15 minutos).

[0150] O motor da bomba é de 2 kW a 50 Hz; a 10 Hz, o efeito é de apenas 0,4 kW; a energia transmitida à amostra 1 e 3 foi de $0,4 \text{ kW} \times 3.000 \text{ segundos}$, ou 1.200 quilojoules (por kg de matéria seca).

[0151] Depois de ser ativada com energia mecânica, a mistura da amostra foi resfriada a 15°C e depois drenada usando uma prensa Vincent (modelo CP -4). A amostra drenada foi então convencionalmente lavada duas vezes, onde cada

lavagem foi realizada durante 5 minutos em 30 L de álcool isopropílico a 60% com um ajuste de pH para 4 usando 10% de carbonato de sódio. A amostra lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída e depois peneirada em um crivo de 250 micra.

[0152] Amostras não pré-tratadas: Para cada amostra, uma mistura de 1.000 gramas (matéria seca) de álcool seco lavado e uma solução de ativação (100 mL de ácido nítrico a 62%: 30 L de álcool a 60%) foi processada em um *inator*. A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada a cerca de 1.000 L / h de um recipiente de aço inoxidável de 25 L (sem agitação) através de um trocador de calor de tubo (3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6")); 2 tubos de ar, cada um com um diâmetro de 3,81 cm (1 1/2") mantendo uma temperatura de 65°C e de volta ao recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operaram em diferentes frequências (Hz) e por diferentes períodos de tempo.

[0153] Depois de ser ativada com energia mecânica, a mistura da amostra foi resfriada a 15°C e depois drenada usando uma prensa Vincent (modelo CP -4). A amostra drenada foi então convencionalmente lavada duas vezes, onde cada lavagem foi realizada durante 5 minutos em 30 L de álcool isopropílico a 60% com um ajuste de pH para 4 usando 10% de carbonato de sódio. A amostra lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída e depois peneirada em um crivo de 250 micra.

[0154] Os parâmetros de processamento para as amostras não pré-tratadas estão resumidos na tabela abaixo:

Tabela 10

Amostra	Velocidade da bomba de lóbulo e efeito correspondente	Tempo incluindo aquecimento e resfriamento (minutos)
5	10 Hz (0,4 kW)	50
6	20 Hz (0,8 kW)	50

7	40 Hz (1,6 kW)	50
9	40 Hz (1,6 kW)	90
10	30 Hz (1,2 kW)	90

[0155] Amostra 8: Mil gramas (matéria seca) de material de biomassa contendo pectina lavada com álcool foram ativados por contato do material com álcool e ácido a 65°C durante 3 - 4 horas sem ser submetido a energia mecânica. A quantidade de ácido que foi usada foi selecionada para corresponder à quantidade de ácido usada em uma extração de casca seca (0,1 mL ácido / grama de casca): 1.000 gramas de casca seca, 100 mL de ácido nítrico 62; 30 L álcool isopropílico a 60%.

[0156] Após ativação convencional - isto é, sem energia mecânica - a amostra foi resfriada a 25°C e depois foi drenada. A amostra drenada foi então convencionalmente lavada durante 30 minutos em 30 L de isopropanol a 80% com um ajuste de pH para 4,0 utilizando carbonato de sódio a 10%. A casca lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0157] A quantidade total de energia mecânica transmitida a cada amostra é resumida na tabela abaixo:

Tabela 11

Amostra	Energia BSM (kJ)	Energia <i>Inator</i> * (kJ)	Energia Total** (kJ)
1	1.380	1.200	2.580
2	1.380	0	1.380
3	690	1.200	1.890
4	690	0	690
5	0	1200	1.200
6	0	2400	2.400
7	0	4.800	4.800
8	0	0	0
9	0	8.640	8.640
10	0	6.480	6.480

*Energia *Inator* foi calculada pelo efeito da bomba e do tempo operacional

**Energia total é a soma da Energia BSM e da Energia *Inator*.

[0158] A recuperação (% de pectina solúvel dentro da amostra), a viscosidade intrínseca (da pectina extraída da amostra), grau de esterificação da pectina na amostra (DE), viscosidade aparente (da solução com a amostra dissolvida ou dispersa), e capacidade de ligação à água da amostra (gramas de água / gramas de matéria sólida), foram medidos e o parâmetro de interpenetração macromolecular foi calculado. Os resultados estão resumidos na tabela abaixo.

Tabela 12

Amostra	Recuperação (%)	IV (dL/g)	Interpenetração macromolecular (dL/g)	DE (%)	VIS (mPa·s)	Ligação de água (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

[0159] Como ilustrado na tabela, quando a quantidade de energia mecânica transmitida para a amostra excede 1.500 quilojoules por kg de matéria seca, o parâmetro de interpenetração macromolecular é maior que 2 e, portanto, tem viscosidade aparente acima de 500 mPas.

Exemplo 6

[0160] Casca de laranja fresca foi lavada em álcool utilizando os métodos descritos na Patente US número 8.322.513 e depois prensada à mão, seguido de uma segunda lavagem / prensa consecutiva, para formar material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool.

[0161] Amostras 1-3 (Aquecimento em *Inator*): Para cada amostra, uma mistura de 1.000 gramas (matéria seca) de álcool lavado, casca prensada e uma

solução de ativação (100 mL de ácido nítrico a 62%: 30 L de álcool a 60%) foi processada em um *inator*.

[0162] A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada de um recipiente de aço inoxidável de 25 L (sem agitação) através de um trocador de calor de tubo de 3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6") ; 2 tubos de ar, cada um com um diâmetro de 3,81 cm (1 1/2 ") mantendo uma temperatura de 70°C e de volta ao recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021 / 10) que operou a 40 Hz (Amostra 1) por um período de 50 minutos (3.000 segundos), incluindo aquecimento e resfriamento; 40 Hz (Amostra 2) por um período de 90 minutos (5.400 segundos), incluindo aquecimento e resfriamento; Hz (Amostra 3) por um período de 50 minutos (3.000 segundos), incluindo aquecimento e resfriamento.

[0163] A amostra drenada foi então convencionalmente lavada durante 30 minutos em 30 L de isopropanol a 80% com um ajuste de pH para 4,0 utilizando carbonato de sódio a 10%. A casca lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0164] Amostras 4-9 (Aquecimento após *Inator*): Para cada amostra, uma mistura de 1.000 gramas (matéria seca) de álcool lavado, casca prensada e uma solução de ativação (100 mL de ácido nítrico 62%: 30 L álcool 60%) foi processada em um *inator* como descrito nas amostras 1 -3, porém o processo foi executado a 25°C e a bomba estava operando a 50 Hz. As amostras 4-6 foram todas tratadas durante um período de 20 minutos (.1200 segundos) e as amostras 7-9 foram tratadas durante um período de 60 minutos (3.600 segundos). Após o tratamento com *Inator*, a mistura foi separada em casca e solução de ativação. A solução de ativação foi aquecida a 70°C em um recipiente agitado e a casca foi adicionada ao

recipiente. O tempo de aquecimento a 70°C foi de 5 minutos (amostra 4), 20 minutos (amostra 5) e 60 minutos (amostra 6), 5 minutos (amostra 7), 20 minutos (amostra 8) e 60 minutos (amostra 9) .

[0165] A amostra drenada foi então convencionalmente lavada durante 30 minutos em 30 L de isopropanol a 80% com um ajuste de pH para 4,0 utilizando carbonato de sódio a 10%. A casca lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0166] A recuperação (% de pectina solúvel na amostra), a viscosidade intrínseca (da pectina extraída da amostra), grau de esterificação da pectina na amostra (DE), viscosidade aparente (da solução com a amostra dissolvida ou dispersa). através dela), e a capacidade de ligação à água da amostra (gramas de água / gramas de matéria sólida) foi medida e o parâmetro de interpenetração macromolecular foi calculado. Os resultados estão resumidos na tabela abaixo.

Tabela 13

Amostra	Recuperação (%)	IV (dL/g)	Interpenetração macromolecular (dL/g)	DE (%)	Ligação de Água (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

[0167] Como ilustrado na tabela acima, a funcionalidade da composição de biomassa contendo pectina ativada resultante não é necessariamente afetada pelo fato da mistura de material de biomassa de pectina de partida e solução de ativação ser aquecida durante ou subsequentemente à sujeição da mistura à energia

mecânica. Assim, composições adequadas de biomassa contendo pectina ativada podem ser proporcionadas independentemente de quando a mistura é aquecida, isto é, durante ou após o tratamento com energia mecânica.

Exemplo 7

[0168] Casca de laranja fresca foi lavada em álcool utilizando os métodos descritos na Patente US número 8.322.513 e depois prensada manualmente, seguido de uma segunda lavagem / prensa e secagem consecutivas, para formar um material de biomassa contendo pectina de partida seco lavado com álcool.

[0169] Para cada amostra, uma mistura de 1.000 gramas (95% de matéria seca) de álcool lavado, casca seca e uma solução de ativação (150 mL de ácido nítrico a 62%: 30 L de álcool a 60%) foi processada em um *inator*.

[0170] A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada de um recipiente de aço inoxidável de 25 L (sem agitação) através de um trocador de calor de tubo de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6"); 2 tubos internos, cada um com um diâmetro de 3,81, (1 1/2 ") mantendo uma temperatura de 55°C (Amostra 1), 65°C (Amostra 2) ou 75°C (Amostra 3), e de volta ao recipiente por uma bomba de lóbulo (APV, CL / 1/021/10) que operou a 50 Hz por um período de 30 minutos.

[0171] A amostra drenada foi então convencionalmente lavada durante 30 minutos em 30 L de isopropanol a 80% com um ajuste de pH para 4,0 utilizando carbonato de sódio a 10%. A casca lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0172] A recuperação (% de pectina solúvel na amostra), a viscosidade intrínseca (da pectina extraída da amostra), grau de esterificação da pectina na amostra (DE), viscosidade aparente (da solução com a amostra dissolvida ou

dispersa). através dela), e a capacidade de ligação à água da amostra (gramas de água / gramas de matéria sólida) foi medida e o parâmetro de interpenetração macromolecular foi calculado. Os resultados estão resumidos na tabela abaixo.

Tabela 14

Amostra	IV (dL/g)	Recuperação (%)	Interpenetração macromolecular (dl/g)	DE (%)	VIS (mPa,s)	Ligação de Água (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

[0173] Como ilustrado na tabela acima, a funcionalidade da composição de biomassa contendo pectina ativada resultante é afetada pela temperatura da ativação. Em temperaturas de ativação mais altas, o IV tende a diminuir, enquanto a recuperação, a interpenetração macromolecular, a viscosidade aparente e a ligação à água tendem a aumentar. DE permanece praticamente constante.

Exemplo 8

[0174] Casca de laranja fresca foi lavada em álcool utilizando os métodos descritos na Patente US número 8.322.513 e depois prensada à mão, seguido de uma segunda lavagem / prensa consecutiva, para formar material de biomassa contendo pectina de partida lavada com álcool.

[0175] Para cada amostra, uma mistura de 1.000 gramas (matéria seca) de álcool lavado, casca prensada e uma solução ativadora contendo diferentes concentrações de ácido nítrico a 62% em 30 L de álcool a 60%, e processada em um *inator*.

[0176] A energia mecânica foi induzida por bombeamento de recirculação constante da mistura da amostra (material, álcool e ácido) - mais particularmente, a mistura da amostra foi continuamente recirculada de um recipiente de aço inoxidável de 25 L (sem agitação) através de um trocador de calor de tubo de 3 metros de comprimento; diâmetro externo de 15,24 cm (6"); 2 tubos internos, cada um com um diâmetro de 3,81 cm (1 1/2 ") mantendo uma temperatura de 55 - 75°C e de volta ao

recipiente por uma bomba de lóbulos (APV, CL / 1 / 021/10) que operou a 40-50 Hz por um período de 5 a 60 minutos.

[0177] A amostra drenada foi então convencionalmente lavada durante 30 minutos em 30 L de isopropanol a 80% com um ajuste de pH para 4,0 utilizando carbonato de sódio a 10%. A casca lavada foi então seca em um compartimento de aquecimento a 65°C durante 10 horas. A amostra seca foi então moída até um tamanho de partícula de 250 micra.

[0178] A recuperação (% de pectina solúvel na amostra), a viscosidade intrínseca (da pectina extraída da amostra), o grau de esterificação da pectina na amostra (DE) e a capacidade de ligação à água da amostra (gramas de água / gramas de matéria sólida) foram medidos e o parâmetro de interpenetração macromolecular foi calculado. Os resultados estão resumidos nas tabelas abaixo com relação ao efeito de ácido, temperatura, entrada de energia e tempo de tratamento.

Tabela 15

Amostr a	Ácido (ml/kg DM)	Temp. (°C)	Tempo (min.)	Energia (kJ)	IV (dl/g)	Recupe ração (%)	Interpe netraçã o macrom olecular (dl/g)	DE (%)	Ligação de água (g/g)
1	150	75	15	1.800	7,9	35,0	2,8	69,8	21,7
2	150	75	60	7.200	7,4	39,0	2,9	68,3	20,9

[0179] Em concentração de ácido fixo e temperatura com tempo de tratamento variável, como mostrado na Tabela 15, IV tende a ser um pouco reduzida com maior tempo de tratamento, a recuperação tende a aumentar um pouco com o tempo de tratamento mais longo, interpenetração permanece praticamente constante independente do tempo de tratamento, e DE e a ligação da água permanecem praticamente constantes.

Tabela 16

Amostra	Ácido (ml/kg DM)	Temp. (°C)	Tempo (min.)	Energia (kJ)	IV (dl/g)	Recuperação (%)	Interpenetração macromolecular (dl/g)	DE (%)	Ligação de água (g/g)
3	100	70	20	1.920	8,8	32,4	2,9	70,2	17,8
4	100	70	60	5.760	8,2	38,1	3,1	69,3	20,3
5	100	70	20	2.400	8,7	33,8	3,0	69,4	18,2

[0180] A uma menor concentração de ácido e uma temperatura mais baixa com diferentes tempos de tratamento, como mostrado na Tabela 16, em comparação com a Tabela 15, IV tende a ser um pouco reduzida com maior tempo de tratamento, a recuperação tende a aumentar um pouco com maior tempo de tratamento, a interpenetração macromolecular permanece praticamente constante independente do tempo de tratamento, e DE permanece praticamente constante. No entanto, a ligação à água tende a aumentar com o aumento do tempo de tratamento.

Tabela 17

Amostra	Ácido (ml/kg DM)	Temp. (°C)	Tempo (min.)	Energia (kJ)	IV (dl/g)	Recuperação (%)	Interpenetração macromolecular (dl/g)	DE (%)	Ligação de água (g/g)
6	150	65	5	600	7,3	32,9	2,4	67,1	19,0
7	150	65	30	3.600	7,5	38,5	2,9	68,1	19,0
8	150	65	60	7.200	7,2	42,4	3,1	66,7	20,1

[0181] A uma concentração constante de ácido e uma temperatura de tratamento baixa e constante com tempos de tratamento variados, como mostrado na Tabela 17, a IV permanece bastante constante com tempos de tratamento no intervalo de 5 a 60 minutos, a recuperação aumenta com o aumento do tempo de tratamento e a interpenetração macromolecular aumenta com o aumento do tempo de tratamento e DE e ligação de água são praticamente constantes.

Tabela 18

Amostra	Ácido (ml/kg DM)	Temp. (°C)	Tempo (min.)	Energia (kJ)	IV (dl/g)	Recuperação (%)	Interpenetração macromolecular (dl/g)	DE (%)	Ligação de água (g/g)
9	250	55	5	600	7,9	30,8	2,4	67	18,6
10	250	55	60	7.200	7,2	37,9	2,7	65	19,1

[0182] Em uma concentração de ácido mais alta e menor temperatura de tratamento com tempo de tratamento variável, como mostrado na Tabela 18, IV tende a diminuir com o tempo de tratamento curto, a recuperação tende a aumentar com o aumento do tempo de tratamento, a interpenetração macromolecular tende a aumentar com o aumento do tempo de tratamento e ligação de água permanecem praticamente constantes com tempos de tratamento no intervalo de 5 a 60 minutos.

Tabela 19

Amostra	Ácido (ml/kg DM)	Temp. (°C)	Tempo (min.)	Energia (kJ)	IV (dl/g)	Recuperação (%)	Interpenetração macromolecular (dl/g)	DE (%)	Ligação de água (g/g)
11	50	65	30	3.600	10,1	22,1	2,2	68,9	13,7
12	150	65	30	3.600	7,6	36,9	2,8	67,1	19,9
13	250	65	30	3.600	7,0	41,2	2,9	65,7	19,7

[0183] Em temperatura constante e tempo de tratamento com concentração de ácido crescente como mostrado na Tabela 19, IV é reduzida, a recuperação é aumentada, a interpenetração macromolecular é aumentada, DE é reduzida e a ligação da água é aumentada.

[0184] Assim, estes resultados mostram que se pode alterar a concentração de ácido, a temperatura de tratamento e o tempo de tratamento para proporcionar um número de opções para otimizar o tratamento da composição de biomassa contendo pectina ativada.

[0185] A concentração de ácido situa-se na gama de 50-250 mL de ácido nítrico a 62% por kg de matéria seca, de preferência na gama de 100-250 mL de ácido nítrico a 62% por kg de matéria seca e mais preferencialmente 150-250 mL de ácido nítrico a 62% por kg de matéria seca.

[0186] A temperatura de tratamento está na gama de 55 - 75°C, preferivelmente 65 - 75°C e mais preferencialmente 70 - 75°C.

[0187] O tempo de tratamento situa-se no intervalo de 5 a 60 minutos, de preferência 15 a 60 minutos e mais preferencialmente de 20 a 60 minutos.

[0188] A combinação ideal é uma concentração de ácido de 150 mL de ácido nítrico a 62% (ácido nítrico concentrado) por kg de matéria seca, uma temperatura de tratamento de 70°C e um tempo de tratamento de 15 minutos e, se uma temperatura mais baixa é desejada, uma concentração maior de ácido pode ser aplicada.

Exemplo 9

[0189] Este exemplo demonstra a utilização de diferentes materiais de biomassa contendo pectina de partida e as propriedades resultantes das composições de biomassa contendo pectina ativada, que podem ser utilizadas como materiais de partida para o processo de extração de pectina.

[0190] Maçãs foram prensadas. Ao bagaço prensado foram adicionados 63% de isopropanol e o bagaço foi então lavado durante 5 minutos e prensado. Uma amostra foi lavada outra vez em 80% de isopropanol, prensada e seca no compartimento de secagem. Para a outra amostra, no *Inator* foram misturados 1 kg de matéria seca de bagaço de maçã prensado com 24 kg de isopropanol a 60%. Ácido nítrico concentrado, 10 mL, foi adicionado por kg de matéria seca. Foi realizada ativação a 70°C durante 60 minutos enquanto circulava sobre a bomba de lóbulo pequeno. Após a ativação, o bagaço foi pressionado. Em seguida, foi lavado com isopropanol a 60% e prensado. Em seguida, foi lavado com isopropanol a 80% e prensado e seco.

[0191] Alcachofras de Jerusalém foram prensadas. Ao bagaço prensado foram adicionados 63% de isopropanol e o bagaço foi então lavado durante 5 minutos e prensado. Uma amostra foi lavada outra vez em 80% de isopropanol, prensada e seca no compartimento de secagem. A outra amostra, no *Inator* recebeu a mistura de 1 kg de matéria seca de bagaço de maçã prensado com 24 kg de isopropanol a 60%. Foram adicionados 100 mL de ácido nítrico concentrado por kg de matéria seca. Foi realizada ativação a 70°C durante 60 minutos, enquanto

circulava sobre a bomba de lóbulo pequeno. Após a ativação, o bagaço foi pressionado. Em seguida, foi lavado com isopropanol a 60% e prensado. Em seguida, foi lavado com isopropanol a 80% e prensado e seco.

[0192] Laranjas foram prensadas. A casca prensada recebeu a adição de isopropanol a 63% e a casca foi depois lavada durante 5 minutos e prensada. Uma amostra foi lavada outra vez em isopropanol a 80%, prensada e seco no compartimento de secagem. A outra amostra, no *Inato*, recebeu a mistura de 1 kg de MS de casca de laranja prensada com 24 kg de isopropanol a 60%. Foram adicionados 100 mL de ácido nítrico concentrado por kg de matéria seca. Foi realizada ativação a 70°C durante 60 minutos, enquanto circulava sobre a bomba de lóbulo pequeno. Após a ativação, a casca foi prensada. Em seguida, foi lavada com isopropanol a 60% e prensada. Em seguida, foi lavada com isopropanol a 80% e prensada e seca.

[0193] Pedacos de beterraba sacarina da extração de açúcar foram selecionados. Aos pedacos foram adicionados 63% de isopropanol e lavados durante 5 minutos e prensados. Uma amostra foi lavada outra vez em 80% de isopropanol, prensada e seca no compartimento de secagem. A outra amostra, no *Inator*, foi misturado 1 kg de MS de pedacos prensados com 27 kg de isopropanol a 60%. Foram adicionados 100 mL de ácido nítrico concentrado por kg de matéria seca. Foi realizada ativação a 70°C durante 60 minutos, enquanto circulava sobre a bomba de lóbulo pequeno. Após a ativação, os pedacos foram pressionados. Em seguida, foram lavados com isopropanol a 60% e prensados. Em seguida, foram lavados em isopropanol a 80%, prensados e secos.

Tabela 20

Amostr a	Descriç ão	Energia especifi ca (kJ/kg/D M)	Mistura total (kg)	Energia especifi ca (mistura kJ/kg)	DE (%)	Recupe ração (%)	IV (dl/g)	Interpen etração macrom olecular (dl/g)
1	Maçã	10.800	27	400	77,4	3,0	14,5	0,4
2	Maçã ativada	10.800	27	400	76,9	14,8	12,1	1,8

Amostr a	Descriç ão	Energia especifi ca (kJ/kg/D M)	Mistura total (kg)	Energia especifi ca (mistura kJ/kg)	DE (%)	Recupe ração (%)	IV (dl/g)	Interpen etração macrom olecular (dl/g)
3	Alcacho fra de Jerusal ém	10.800	27	400	54,8	9,1	1,3	0,1
4	Alcacho fra de Jerusal ém ativada	10.800	27	400	56,8	22,2	5,5	1,2
5	Laranja	10.800	27	400	70,2	15	7,8	1,2
6	Laranja ativada	10.800	27	400	68,9	39	7,5	2,9
7	Beterra ba	10.800	30	360	54,1	1,7	2,9	0,05
8	Beterra ba ativada	10.800	30	360	54,4	15,0	3,3	0,5

[0194] Foram encontrados padrões semelhantes para todas as matérias-primas testadas, isto é, a pectina é solubilizada *in situ* pelo processo de ativação. Tanto a recuperação como o parâmetro de interpenetração macromolecular são várias vezes maiores do que a amostra lavada com álcool correspondente sem a ativação. A maçã ativada, que é uma fruta, mostra COP próximo a 2, enquanto vegetais ativados como a alcachofra de Jerusalém e a beterraba ativada mostram COP na faixa de 0,5 a 1,2. A laranja ativada (cítrico) mostra o COP mais alto sendo maior que 2.

[0195] As composições de biomassa contendo pectina compreendendo a composição de biomassa contendo pectina ativada possuindo componentes de fibra solúveis e insolúveis podem ser utilizadas em muitas aplicações, incluindo mas não se limitando aos produtos salgados, tais como, sopas e molhos; suplemento alimentar; e prebióticos para alimentação animal. A capacidade de retenção de água do componente de fibra insolúvel facilita a utilização das composições de biomassa contendo pectina ativada como um absorvente de líquido, por exemplo, em fraldas descartáveis e produtos de higiene feminina, tais como, absorventes higiênicos e absorventes diários. O componente de pectina solúvel nas composições de

biomassa que contém pectina ativada torna-as úteis nas mesmas aplicações que a pectina extraída, por exemplo, como revelado na Patente Europeia Número 1812120B1. Combinando as propriedades do componente de pectina solúvel para neutralização da amônia e assim eliminar o mau odor e o componente de fibra insolúvel para absorver o líquido, as composições de biomassa contendo pectina ativada também são úteis na cama de gato para absorver líquido e neutralizar a amônia. Adicionalmente, as composições de biomassa contendo pectina ativada são úteis como o material de partida para o processo de extração que produz pectina.

[0196] Vários aspectos dos métodos para produção de uma composição de biomassa contendo pectina ativada e uma composição contendo pectina ativada incluem os seguintes:

[0197] Aspecto 1: O método para produção de uma composição de biomassa contendo pectina ativada, o método compreendendo:

A) mistura de um material de biomassa contendo pectina de partida compreendendo um componente de fibra insolúvel e um componente de protopectina insolúvel com uma solução aquosa de um álcool para formar uma mistura;

B) ativação do material de biomassa contendo pectina de partida para formar um material de biomassa contendo pectina ativada compreendendo o componente de fibra insolúvel e um componente de pectina solúvel submetendo o material de biomassa de pectina de partida a (i) uma solução de ativação formada por adição de ácido à mistura para ajustar o pH da mistura dentro do intervalo de cerca de 0,5 a cerca de 2,5 e (ii) aquecimento a uma temperatura superior a ou cerca de 40 °C;

C) aplicação de energia mecânica (i) mistura da etapa A), (ii) durante a ativação da etapa B), ou (iii) mistura da etapa A) e durante a ativação da etapa B); e

D) separação da composição de biomassa contendo pectina ativada da mistura; em que durante o método o álcool presente na mistura é igual ou superior a cerca de 40 por cento em peso com base na porcentagem total da mistura.

[0198] Aspecto 2: O método de acordo com o aspecto 1, em que a aplicação de energia mecânica na etapa C) compreende ainda a redução do material de biomassa contendo pectina de partida na mistura para a sua estrutura fibrosa.

[0199] Aspecto 3: O método de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes, em que substancialmente nenhum componente de pectina solúvel é extraído do material de biomassa contendo pectina de partida.

[0200] Aspecto 4: O método de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes, em que a aplicação de energia mecânica na etapa C) é feita por pelo menos um dos seguintes grupos: uma bomba, um refinador de placas, um refinador de disco, uma extrusora, um bomba de lóbulo e uma bomba centrífuga.

[0201] Aspecto 5: O método de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes, em que a energia mecânica é igual ou superior a 800 quilojoules por quilograma de matéria seca do material de biomassa contendo pectina de partida ou é igual ou cerca de 36 quilojoules ou superior por quilograma de mistura.

[0202] Aspecto 6: O método de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes, em que a composição de biomassa contendo pectina ativada tem um parâmetro de interpenetração macromolecular de ou cerca de 2,0 ou superior.

[0203] Aspecto 7: O método de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes, em que a sujeição ao calor está dentro do intervalo de temperatura de ou cerca de 60 a ou cerca de 8 °C durante um período de tempo de cerca de 15 ou cerca de 60 minutos.

[0204] Aspecto 8: O método de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes, em que a etapa D) compreende ainda o ajuste do pH da composição

de biomassa contendo pectina ativada a um intervalo desde ou de cerca de 3,5 a cerca de 4,5.

[0205] Aspecto 9: O método de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes, em que a energia mecânica é de ou cerca de 1.200 quilojoules ou maior por quilograma de matéria seca do material de biomassa contendo pectina de partida ou a cerca de 40 quilojoules ou mais por quilograma do mistura.

[0206] Aspecto 10: O método de acordo com o aspecto 9, em que a composição de biomassa contendo pectina ativada tem um parâmetro de interpenetração macromolecular de ou cerca de 2,3 ou superior.

[0207] Aspecto 11: O método de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes, em que a energia mecânica é de ou cerca de 1.900 quilojoules ou maior por quilograma de matéria seca do material de biomassa contendo pectina de partida ou a ou cerca de 60 quilojoules ou maior por quilograma do mistura.

[0208] Aspecto 12: O método de acordo com o aspecto 11, em que a composição de biomassa contendo pectina ativada tem um parâmetro de interpenetração macromolecular dede ou cerca de 2,5 ou superior.

[0209] Aspecto 13: O método de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes, compreendendo ainda a secagem, moagem ou ambas secagem e moagem da composição de biomassa separada contendo pectina ativada.

[0210] Aspecto 14: O método de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes, em que o material de biomassa contendo pectina de partida na etapa A) é obtido a partir de cítricos.

[0211] Aspecto 15: O método de acordo com o aspecto 14, em que o material de biomassa contendo pectina de partida é uma casca de cítrico lavada com álcool.

[0212] Aspecto 16: O método de acordo com qualquer um dos aspectos 14-15 precedentes, em que a composição de biomassa contendo pectina ativada

compreende um parâmetro de interpenetração macromolecular de ou cerca de 2 ou superior e um grau de esterificação do componente de pectina solúvel a ou cerca de 60% ou mais.

[0213] Aspecto 17: O método de acordo com qualquer um dos aspectos 14-16 precedentes, em que a composição de biomassa contendo pectina ativada compreende uma ou mais propriedades do seguinte grupo: uma viscosidade aparente desde ou a cerca de 150 mPa.s a ou de cerca de 3.500 mPa.s quando medida em solução aquosa a uma temperatura de 25°C e pH 4,0 utilizando um Viscosímetro Brookfield, uma capacidade de ligação à água de ou cerca de 14 g / g a cerca de 27 g / g, o componente solúvel da pectina presente em uma quantidade de cerca de 20% a cerca de 45% em peso da composição de biomassa contendo pectina ativada, e um pH de ou cerca de 2,5 a cerca de 5,5.

[0214] Aspecto 18: Uma composição de biomassa contendo pectina ativada obtida a partir de cítricos, compreendendo:

um componente de fibra insolúvel compreendendo material celulósico; e

um componente de pectina solúvel compreendendo pectina prontamente solúvel;

em que a composição de biomassa contendo pectina ativada tem um parâmetro de interpenetração macromolecular de ou cerca de 2 ou superior.

[0215] Aspecto 19: A composição de biomassa contendo pectina ativada de acordo com o aspecto 18, em que o componente de fibra insolúvel e o componente de pectina solúvel formam uma estrutura aberta permitindo que o líquido acesse a pectina prontamente solúvel.

[0216] Aspecto 20: A composição de biomassa contendo pectina ativada de acordo com qualquer um dos aspectos 18-19 precedentes, em que a composição de biomassa contendo pectina ativada compreende em ou cerca de 80 a ou cerca de

55 por cento em peso de componente de fibra insolúvel e em ou cerca de 20 a cerca de 45 por cento em peso de componente de pectina solúvel.

[0217] Aspecto 21: A composição de biomassa contendo pectina ativada de acordo com qualquer um dos aspectos 18-20 precedentes, em que um grau de esterificação do componente de pectina solúvel se encontra em ou cerca de 60 por cento ou mais.

[0218] Aspecto 22: A composição de biomassa contendo pectina ativada de acordo com qualquer um dos aspectos 18-20 precedentes, em que o parâmetro de interpenetração macromolecular é de ou cerca de 2,3 ou superior.

[0219] Aspecto 23: A composição de biomassa contendo pectina ativada de acordo com qualquer um dos aspectos 18-20 precedentes, em que o parâmetro de interpenetração macromolecular é de cerca de 2,5 ou superior.

[0220] Aspecto 24: A composição de biomassa contendo pectina ativada de acordo com qualquer um dos aspectos 18-24 precedentes, em que a composição de biomassa contendo pectina ativada compreende uma ou mais propriedades do seguinte grupo: uma viscosidade aparente de ou cerca de 150 mPa.s a cerca de 3.500 mPa.s quando medida em solução aquosa a uma temperatura de 25°C e pH de 4,0 utilizando um Viscosímetro Brookfield, uma capacidade de ligação à água de ou cerca de 14 g / g a cerca de 27 g / g, o componente de pectina solúvel presente em uma quantidade de cerca de 20% a cerca de 45% em peso da composição de biomassa que contém pectina ativada e um pH de cerca de 2,5 a cerca de 5,5.

[0221] Aspecto 25: Uma composição de biomassa contendo pectina ativada, compreendendo:

um componente de fibra insolúvel compreendendo material celulósico; e

um componente de pectina solúvel compreendendo pectina prontamente solúvel;

em que a composição de biomassa contendo pectina ativada (i) é obtida de um material de biomassa contendo pectina de partida selecionado dentre maçã, alcachofra de Jerusalém, ou beterraba, (ii) tem um parâmetro de interpenetração macromolecular dentro da gama de ou cerca de 0,5 a ou cerca de 2,0, (iii) e tem um parâmetro de interpenetração macromolecular pelo menos cerca de 300 por cento maior do que o de um parâmetro de interpenetração macromolecular do material de biomassa contendo pectina de partida.

[0222] Aspecto 26: A composição de biomassa contendo pectina ativada de acordo com qualquer um dos aspectos 18-25 precedentes, sendo um ingrediente alimentar.

[0223] Aspecto 27: A composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com qualquer um dos aspectos 18-25 precedentes, utilizada como material de partida para a extração de pectina.

[0224] Aspecto 28: Um produto compreendendo a composição de biomassa contendo pectina ativada derivada do método de acordo de qualquer um dos aspectos 1-17 precedentes, ou compreendendo a composição de biomassa contendo pectina ativada de acordo com qualquer um dos aspectos precedentes 18-26.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de biomassa contendo pectina ativada compreendendo: um componente de fibra insolúvel compreendendo material celulósico; e um componente de pectina solúvel compreendendo pectina prontamente solúvel;

em que a composição de biomassa contendo pectina ativada (i) é obtida de um material de biomassa contendo pectina de partida selecionado de maçã, alcaçofra ou beterraba, **CARACTERIZADA** pelo fato de que (ii) tem um parâmetro de interpenetração macromolecular na faixa de 0,5 a 2.0.

2. Composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que o componente de fibra insolúvel e o componente de pectina solúvel formam uma estrutura aberta permitindo que o líquido acesse a pectina prontamente solúvel.

3. Composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a composição contendo pectina ativada compreende de 80 a 55 por cento em peso do componente de fibra insolúvel e de 20 a 45 por cento em peso do componente de pectina solúvel.

4. Composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **CARACTERIZADA** pelo fato de que um grau de esterificação do componente de pectina solúvel é de 60 por cento ou mais quando o material de biomassa contendo pectina de partida é maçã.

5. Composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **CARACTERIZADA** pelo fato de que um grau de esterificação do componente de pectina solúvel é de 50 por cento ou mais quando o material de biomassa contendo pectina de partida é beterraba ou alcaçofra.

6. Composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a composi-

ção de biomassa contendo pectina ativada é maçã e compreende uma ou mais propriedades do seguinte grupo: uma viscosidade aparente de 150 mPa.s a 3.500 mPa.s quando medida em solução aquosa a uma temperatura de 25 °C e pH 4,0 usando um Viscosímetro Brookfield, uma capacidade de ligação à água de 14 g/g a 27 g/g, o componente de pectina solúvel presente em uma quantidade de 20% a 45% em peso da composição de biomassa contendo pectina ativada, e um pH de 2,5 a 5,5.

7. Composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a composição de biomassa contendo pectina ativada é alcachofra ou beterraba e compreende uma ou mais propriedades do seguinte grupo: uma capacidade de ligação à água de 14 g/g a 27 g/g, o componente de pectina solúvel presente em uma quantidade de 20% a 45% em peso da composição de biomassa contendo pectina ativada, e um pH de 2,5 a 5,5.

8. Composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, **CARACTERIZADA** pelo fato de que o material de biomassa contendo pectina de partida é maçã e a interpenetração macromolecular é aproximadamente 1,8 a 2,0.

9. Composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, **CARACTERIZADA** pelo fato de que o material de biomassa contendo pectina de partida é alcachofra ou beterraba e a interpenetração macromolecular é aproximadamente 0,5 a 1,2.

10. Composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **CARACTERIZADA** pelo fato de que é um ingrediente alimentar.

11. Composição de biomassa contendo pectina ativada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **CARACTERIZADA** pelo fato de que é usada como um material de partida para extrair pectina.

12. Produto **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende a composição de biomassa contendo pectina ativada como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 6.

Figura 1:

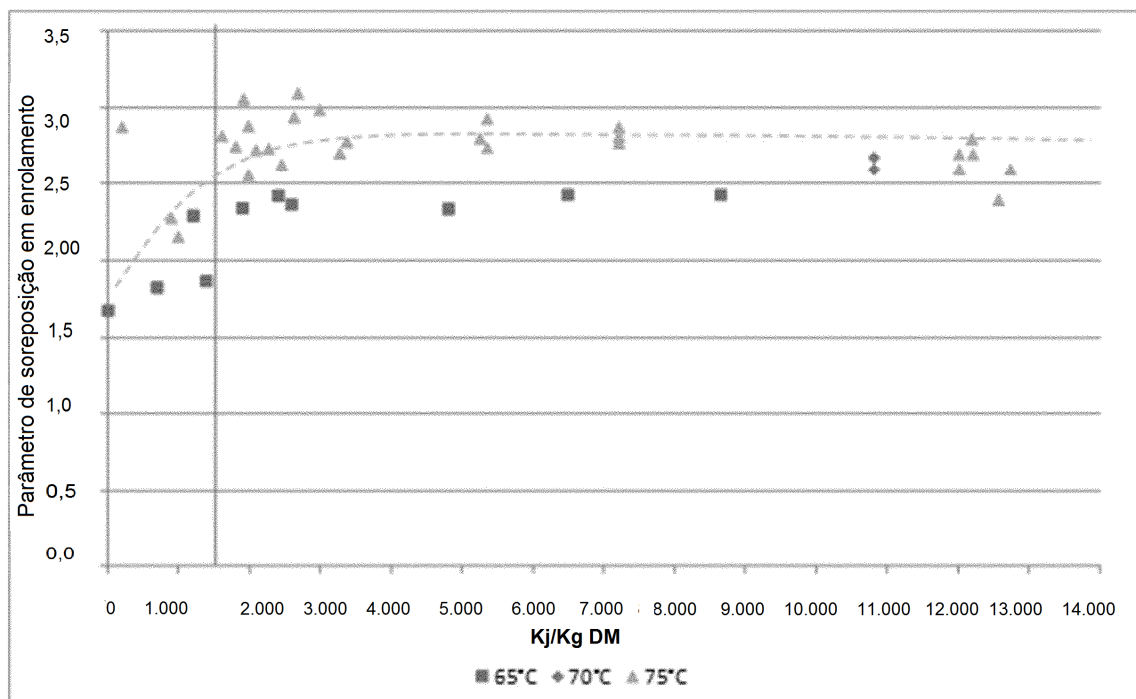


Figura 2:

