

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 731 450**

51 Int. Cl.:

C08B 37/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.08.2008 PCT/DK2008/050216**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.03.2009 WO09026936**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.08.2008 E 08784474 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.03.2019 EP 2188315**

54 Título: **Método para preparar producto pectínico que contiene fibras y productos pectínicos del mismo**

30 Prioridad:

29.08.2007 DK 200701228

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

15.11.2019

73 Titular/es:

**KMC KARTOFFELMELCENTRALEN AMBA
(100.0%)
Herringvej 60
7330 Brande, DK**

72 Inventor/es:

**SØRENSEN, OLE BANDSHOLM y
LARSEN, PETER FROMHOLT**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 731 450 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para preparar producto pectínico que contiene fibras y productos pectínicos del mismo

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere al campo de la preparación de productos pectínicos y pectináceos a partir de un material vegetal. En particular, se proporciona un nuevo método para proporcionar nuevos productos pectínicos que contienen fibras así como nuevos productos pectínicos obtenidos a partir de dicho producto pectínico que contiene fibras.

Antecedentes de la invención

10 En el procesamiento industrial de materiales vegetales, tales como patatas, tabaco o cacao, la masa fibrosa obtenida está entre los subproductos aislados en grandes cantidades. Subproductos o productos residuales similares son conocidos de muchas otras producciones basadas en la agricultura, p. ej., rodajas de remolacha azucarera procedentes de la producción de azúcar a partir de remolachas azucareras, pieles de cítricos y pulpa de cítricos procedentes de la fabricación de zumo y aceites etéreos procedentes de cítricos, y residuos de orujo procedentes de la producción de sidra.

15 Estos subproductos vegetales a menudo se consideran productos residuales que se van a desechar del modo más apropiado y más económico. Sin embargo, se entenderá que puede haber ventajas bastante obvias al desarrollar adicionalmente estos subproductos vegetales en productos de más valor comercial.

20 Una característica común de estos subproductos es que consisten esencialmente en fibras vegetales solubles e insolubles, de las cuales 60-80% son fibras alimentarias, incluyendo biopolímeros de árboles: celulosa, hemicelulosa y pectina. Están implicados en la estructura de todas las paredes de células vegetales, que se pueden concebir como una red de celulosa-hemicelulosa-pectina en la que la pectina, aparte de ser un elemento estructural, también constituye el "cemento" que imparte rigidez a las células vegetales y función de adhesión en el espacio entre ellas. Esta estructura compleja en la que la pectina está unida a los otros componentes de la pared celular mediante diferentes tipos de enlaces, por ejemplo enlaces de hidrógeno y/o interacción iónica, a menudo se denomina protopectina. La pectina, de por sí, se puede obtener mediante extracción hidrolítica ácida o alcalina controlada de protopectina.

25 La pectina es un polímero de extrema complejidad, compuesto por un esqueleto o esqueletos de unidades de ácido α -D-galacturónico unidas por enlaces α -1,4-glicósido para formar largas cadenas de poli(ácido galacturónico). Las regiones homogalacturónicas están intercaladas con regiones ramnogalacturónicas con residuos α -L-ramnopiranosilo conectados 1,2 que soportan diferentes tipos y cantidades de cadenas laterales sacáricas neutras. Las unidades de ácido galacturónico están esterificadas con metanol hasta un grado variable y pueden estar parcialmente esterificadas con acetilo en los hidroxilos secundarios. Así, se hace una distinción industrial entre pectina muy metoxilada que tiene un alto grado de esterificación (DE, por sus siglas en inglés) de más de 50% y pectina poco metoxilada que tiene un grado de esterificación de menos de 50%. El grado de esterificación se define como el número de unidades de ácido galacturónico esterificadas con metilo expresadas como un porcentaje de las unidades de ácido galacturónico totales en la molécula de pectina.

30 En pectina procedente de algunos tipos de material vegetal, p. ej. patatas y remolachas azucareras, una parte variable de las unidades de ácido galacturónico puede, además, tener grupos acetilo situados en las posiciones C-2 y C-3, expresados como el grado de acetilación (DAc, por sus siglas en inglés). El DAc se define, análogamente al grado de esterificación, como el número de unidades de ácido galacturónico acetiladas como un porcentaje de todas las unidades de ácido galacturónico.

Azúcares neutros, tales como galactosa, glucosa, ramnosa, arabinosa y xilosa, también pueden ser parte del polímero pectínico como cadenas laterales de o como miembros en la cadena de poli(ácido galacturónico).

45 La hemicelulosa es un grupo heterogéneo de polisacáridos que contienen varios tipos de azúcares de hexosa y pentosa y, en algunos casos, residuos de ácido urónico. Estos polímeros se clasifican según el tipo de residuos sacáricos que sean dominantes y se denominan individualmente xilanos, arabinogalactanos, glucomanos, etc.

50 Convencionalmente, se proporcionan métodos para aislar pectina de un material vegetal, en los que el material vegetal se suspende en una solución ácida que tiene un pH alrededor de 1-3 a temperatura elevada y/o tiempos de extracción prolongados, con lo que la pectina empieza a desintegrarse y se extrae del material vegetal. Posteriormente, la fase sólida y la fase líquida se pueden separar y la pectina se puede aislar/purificar de la fase líquida.

55 Así, el documento US 5.567.462 divulga un método para preparar composiciones pectocelulósicas y pectina a partir de materias primas que contienen pectina, tales como pieles de cítricos, pulpa de remolacha azucarera, residuos de flores y residuos de orujo. El método consiste en tratar las materias primas vegetales molidas con un ácido, p. ej., ácido fosfórico o nítrico, proporcionar un pH en el intervalo de pH 1-2,5. Este tratamiento da como resultado una suspensión que consiste en una fase sólida que contiene componentes celulósicos y una fase líquida que contiene

pectina disuelta. La mezcla se amasa, se neutraliza y finalmente se seca para formar materia seca pectocelulósica. La mezcla amasada también se puede separar en un sólido y una fase líquida, que se neutralizan individualmente y se secan para dar un producto pectínico y un producto pectocelulósico. En un método alternativo como el descrito en el documento WO 05/003178, el material vegetal se usa para proporcionar un sistema *in situ* al hinchar el material vegetal en una suspensión que comprende una sal que participa para mantener intacta la estructura del material vegetal. Cuando el material vegetal está en este estado hinchado, la pectina se puede modificar químicamente de modo homogéneo. Posteriormente, la pectina modificada en combinación con el material vegetal restante se puede trabajar como un producto pectínico que contiene fibras o la pectina se puede aislar proporcionando un producto pectínico.

El documento US 2.754.214 divulga un método para elaborar un producto de ácido pectínico con bajo contenido de éster que comprende separar piel de cítrico del zumo y las semillas, moler dicha piel, lavar dicha piel con agua a un pH por debajo de 4 pero por encima de aquel al que tiene lugar una disolución apreciable de las sustancias pécticas presentes en la piel, ajustar dicha piel lavada hasta un pH adecuado para la acción de la enzima pectasa presente en dicha piel, continuar esta actividad enzimática hasta que las sustancias pécticas en dicha piel se hayan convertido en gran parte *in situ* en un ácido pectínico con bajo contenido de éster, lavar dicha piel resultante bajo condiciones tales que se retiren sustancialmente todos los cationes metálicos multivalentes sin disolver dicho ácido pectínico y lavar dicha piel con un disolvente para colorear materia presente en dicha piel pero no para que el ácido pectínico deje un producto de ácido pectínico con bajo contenido de éster-hemicelulosa sustancialmente incoloro.

Así, debido a los intereses altamente industriales en el campo de la modificación de pectina y en la producción de diferentes productos pectínicos, son deseables nuevos métodos para modificar y proporcionar nuevos productos pectínicos.

Compendio de la invención

Según esto, la presente invención se refiere en un aspecto a un método para proporcionar un producto pectínico que contiene fibras a partir de un material vegetal. El método comprende las etapas de:

- (i) proporcionar un material vegetal que comprende pectina, donde dicha pectina tiene un grado de esterificación de 55% o menos, y en donde el material vegetal no se ha sometido a ningún tipo de pretratamiento
- (ii) añadir una solución acuosa ácida al material vegetal que contiene pectina obtenido en la etapa (i) en donde la solución ácida no comprende un disolvente orgánico y no comprende una sal, y proporcionar una suspensión del material vegetal, donde el material vegetal suspendido proporciona un sistema *in situ* al hinchar el material vegetal bajo condiciones en las que la pectina se mantiene dentro del material vegetal y no se disuelve o extrae durante el hinchamiento, y
- (iii) obtener el producto pectínico que contiene fibras de la suspensión proporcionada en la etapa (ii),

en donde el material vegetal se deja hinchar en la solución acuosa ácida de 10 a 120 minutos y el material vegetal se agota sustancialmente de cationes divalentes durante dicho hinchamiento y en donde el término se agota sustancialmente se refiere a productos pectínicos que contienen fibras que tienen un contenido de cationes divalentes que es menor que el contenido de cationes divalentes originalmente presente en el material vegetal.

En otro aspecto, la presente invención se refiere a un producto pectínico que contiene fibras obtenible mediante un procedimiento según el método de la presente invención. En particular, la presente invención se refiere a productos pectínicos que contienen fibras en la forma de un producto fibroso insoluble en material vegetal, un producto fibroso soluble en material vegetal y un producto fibroso activado por material vegetal.

En un aspecto adicional, la presente divulgación se refiere a un método para proporcionar un producto pectínico. El método comprende las etapas de:

- (i) proporciona un producto pectínico que contiene fibras obtenido mediante la presente invención,
- (ii) añadir un medio de extracción al producto pectínico que contiene fibras proporcionando una suspensión de extracción,
- (iii) ajustar el pH de la suspensión de extracción hasta un pH en el intervalo de 1-12,
- (iv) ajustar la temperatura de la suspensión de extracción hasta una temperatura en el intervalo de 0-120°C, y
- (v) aislar el producto pectínico de la fase acuosa del medio de extracción.

En un aspecto más, la presente divulgación se refiere a un producto pectínico aislado obtenible mediante un método descrito en la presente memoria.

En otro aspecto más, la presente divulgación se refiere a un producto fibroso alimentario obtenible mediante un método como el descrito en la presente memoria.

Por otra parte, la presente divulgación se refiere a un producto alimenticio que compre los productos pectínicos que contienen fibras en la forma de un producto fibroso insoluble en material vegetal, un producto fibroso soluble en material vegetal y un producto fibroso activado por material vegetal, el producto pectínico aislado y/o el producto fibroso alimentario que se describe en la presente memoria.

- 5 En un aspecto adicional, la presente divulgación se refiere al uso de un producto proporcionado según la presente invención para la encapsulación de, p. ej., agentes aromáticos y colorantes lipídicos fácilmente volátiles y/o hidrosolubles o al encapsular micronutrientes, agentes saborizantes, vitaminas, en la producción de composiciones farmacéuticas sólidas y líquidas, incluyendo, p. ej., comprimidos, suspensiones, emulsiones y como componentes en productos cosméticos, tales como perfumes, cremas y lociones como un agente viscosificante y/o un agente emulsionante, para la sustitución de grasas o para la sustitución de tabaco o la encapsulación de tabaco o para la encapsulación de tabaco para proporcionar productos fumables y/o no fumables.

Descripción detallada de la presente invención

15 El propósito de la presente invención es proporcionar un método para tratar un material vegetal para proporcionar un producto pectínico que contiene fibras usando una solución acuosa ácida bajo condiciones en las que la pectina se mantiene dentro del material vegetal.

Las pectinas son moléculas complejas capaces de formar interacciones inter/intracatenarias fuertes en presencia de cationes divalentes, tales como calcio. El catión divalente trabaja como un aglutinante entre moléculas de pectina adyacentes y puede formar las llamadas zonas de unión de "huevera" con bloques galacturónicos de longitud variable.

20 En una realización preferida de la presente invención, es de interés lavar los cationes divalentes o partes de los cationes divalentes, en particular el ion calcio divalente, presentes en y entre las moléculas de pectina. El método comprende las etapas de:

(i) proporcionar un material vegetal que comprende pectina, donde dicha pectina tiene un grado de esterificación de 55% o menos, y en donde el material vegetal no se ha sometido a ningún tipo de pretratamiento

25 (ii) añadir una solución acuosa ácida al material vegetal que contiene pectina obtenido en la etapa (i) en donde la solución ácida no comprende un disolvente orgánico y no comprende una sal, y proporcionar una suspensión del material vegetal, donde el material vegetal suspendido proporciona un sistema *in situ* al hinchar el material vegetal bajo condiciones en las que la pectina se mantiene dentro del material vegetal y no se disuelve o extrae durante el hinchamiento, y

(iii) obtener el producto pectínico que contiene fibras de la suspensión proporcionada en la etapa (ii),

30 en donde el material vegetal se deja hinchar en la solución acuosa ácida de 10 a 120 minutos y el material vegetal se agota sustancialmente de cationes divalentes durante dicho hinchamiento y en donde el término se agota sustancialmente se refiere a productos pectínicos que contienen fibras que tienen un contenido de cationes divalentes que es menor que el contenido de cationes divalentes originalmente presente en el material vegetal.

35 En una realización de la presente invención, el material vegetal se puede mantener bajo condiciones en las que la pectina no se disuelva y/o extraiga de dicho material vegetal. Estas condiciones pueden ser valores de pH específicos, intervalos de temperatura y tiempo específicos, polaridad específica del medio disolvente o cualquier combinación de los mismos, que aseguren que el material permanezca intacto bajo el procedimiento de aislamiento.

40 En los métodos usados convencionalmente, la pectina (en particular pectina con alto contenido de ésteres) se puede disolver cuando el pH se ajusta hasta un pH entre 1 y 3 a temperaturas elevadas o con tiempos de extracción prolongados. Sin embargo, si la temperatura se disminuye y/o el tiempo de procesamiento del material vegetal se reduce, el inventor de la presente invención encontró que los enlaces internos, tales como enlaces de hidrógeno, las interacciones hidrófobas y los enlaces de van der Waals, por no mencionar el enmarañamiento del biopolímero con otra macromoléculas insolubles, pueden ser suficientemente fuertes para retener la pectina dentro del material vegetal. Incluso cuando los cationes divalentes se han liberado de las moléculas de pectina y se han reducido sustancialmente en comparación con la materia prima.

Por lo tanto, las condiciones de la solución acuosa ácida se pueden alterar de tal modo que se incrementen las interacciones entre las moléculas de pectina. De ese modo, incrementando otros enlaces internos distintos a los iónicos para que sean suficientemente fuertes para retener la pectina dentro del material vegetal a pesar de los cationes divalentes ya no cumplen su función como material de reticulación.

50 En el presente contexto, el término "lavado" se refiere al procesamiento del material vegetal al lavar el material vegetal una o más veces con una solución acuosa ácida. Después de cada lavado, el material vegetal y la solución acuosa ácida se separan. En una realización de la presente invención, la separación se puede realizar mediante centrifugación, filtración (p. ej. usando prensado con filtro o prensado con correa), decantación y/o una combinación de los mismos.

En una realización de la presente invención, el material vegetal que contiene pectina suspendido se puede separar de la solución acuosa ácida a fin de obtener el producto pectínico que contiene fibras. En una realización de la presente invención, la separación se puede realizar mediante filtración, centrifugación, decantación, prensado (tal como prensado con filtro o prensado con correa) o una combinación de los mismos.

5 Preferiblemente, el método para proporcionar el producto o los productos pectínicos que contienen fibras según la presente invención se puede efectuar a una temperatura por debajo de 80°C, tal como por debajo de 70°C, p. ej. 60°C o menos, tal como 50°C o menos, p. ej. 40°C o menos, tal como 30°C o menos, p. ej. 25°C o menos, tal como en el intervalo de 0-80°C, p. ej. en el intervalo de 0-70°C, tal como en el intervalo de 0-60°C, p. ej. en el intervalo de 0-50°C, tal como en el intervalo de 10-40°C, p. ej. en el intervalo de 15-35°C, tal como en el intervalo de 20-30°C.

10 El material vegetal

En el contexto de la presente invención, el término "material vegetal" se refiere a cualquier tipo de material vegetal que comprende pectina que se pueda usar para preparar productos pectínicos que contienen fibras o productos pectínicos. Por otra parte, el término "material vegetal" se refiere a materiales vegetales que no se han sometido a ningún tipo de pretratamiento.

15 En una realización de la presente invención, el material vegetal se puede obtener a partir de un material vegetal natural en un estado fresco o secado.

El pretratamiento podría ser un tratamiento de desesterificación, un tratamiento de amidación, cualquier otro tipo de tratamiento químico o enzimático del cualquier material vegetal como tal o un tratamiento químico o enzimático específico dirigido a la pectina o cualquier combinación de los mismos. En una realización adicional de la presente invención, el pretratamiento del material vegetal también se puede referir a la separación de uno o más componentes o fracciones del material vegetal, tal como la separación de los componentes de almidón de una patata dejando la pulpa de patata como el material vegetal pertinente.

20

En una realización preferida de la presente invención el material vegetal tiene un grado de esterificación de 55% o menos, p. ej. 50% o menos, tal como 45% o menos, p. ej. 40% o menos, tal como 35% o menos, p. ej. 30% o menos, tal como 20% o menos.

25

La pectina consiste principalmente en unidades de ácido galacturónico y éster metílico de ácido galacturónico que forman cadenas de polisacárido lineales y normalmente se clasifica según su grado de esterificación. En el presente contexto, el término "grado de esterificación" se refiere a la cantidad de grupos ácido carboxílico presentes en la cadena de polisacárido que está presente en cambio como un grupo éster metílico.

30 En una realización de la presente invención, el material vegetal que comprende pectina se puede seleccionar del grupo que consiste en patata, remolacha azucarera, residuos de orujo procedentes de manzanas, pieles o pulpa procedentes de cítricos, tales como limón, naranja, mandarina, lima, pomelo, tabaco, cacao, girasol, calabaza, mango, tomate y aloe vera.

En una realización adicional de la presente invención, el material vegetal que comprende pectina se refiere a la pulpa obtenida de patata, remolacha azucarera, residuos de orujo procedentes de manzanas, pieles o pulpa procedentes de cítricos, tales como limón, naranja, mandarina, lima, pomelo, tabaco, cacao, girasol, calabaza, mango, tomate y aloe vera.

35

Con el propósito de proporcionar un efecto incrementado de lavado de los cationes divalentes, el material vegetal se puede someter a molienda, pulverización, trituración, desgarramiento o similares antes de que se añada la solución acuosa ácida. En particular, la trituración de patatas puede ser un procedimiento adecuado para lavar los cationes divalentes.

40

El contenido de pectina en el material vegetal puede diferir para los materiales vegetales individuales, sobre una base de materia seca, p. ej., de 30% a 40% en peso de pectina en pieles de cítricos y de 15% a 30% en peso de pectina en pulpa de patata.

45 Hinchamiento

En una realización de la presente invención, la suspensión del material vegetal proporciona un sistema *in situ* al hinchar el material vegetal en la solución acuosa ácida sin, o sustancialmente sin, extraer pectina del material vegetal.

La pectina puede ser esencialmente insoluble o no más que solo escasamente soluble en la solución acuosa ácida y el método de la invención se puede basar preferiblemente en materiales vegetales y condiciones capaces de proporcionar un sistema de reacción en la localización natural de la pectina en el material vegetal, es decir, *in situ*.

50

En una realización preferida de la presente invención, el material vegetal se hincha en una solución acuosa ácida proporcionando un sistema de reacción *in situ*. En el presente contexto, el término "sistema de reacción *in situ*" se refiere a un estado en el que el material vegetal actúa como la cámara de reacción al hincarse y hacerse permeable y de ese modo permitir el paso, p. ej., de reactivos al material vegetal y el paso de sustancias disueltas fuera del material

vegetal sin disolver el polímero pectínico. El "sistema de reacción *in-situ*" hinchado preferiblemente no es un estado constante del material vegetal, sino que el material vegetal puede volver a su estado empaquetado original cuando se cambien las condiciones. En una realización de la presente invención, el "sistema de reacción *in situ*" hace posible someter al polímero pectínico en el material vegetal a un tratamiento de desesterificación y/o un tratamiento de amidación dentro de la estructura del material vegetal.

En una realización más de la presente invención, durante el tratamiento con la solución acuosa ácida, la protopectina en el material vegetal se puede transformar en pectinas hidrosolubles bajo condiciones tales que las pectinas hidrosolubles formadas permanezcan en un estado no difundible y agregadas con los constituyentes insolubles de las células vegetales, tales como celulosa y hemicelulosa, y bajo las cuales se puede retirar al menos una parte de las sustancias que no contienen pectina, tales como, p. ej., cationes divalentes, proteínas, azúcares o colorantes. El sistema *in situ* proporcionado por la solución acuosa ácida y el material vegetal es para proporcionar un estado en el material vegetal esté esencialmente estructuralmente intacto permitiendo el paso de la solución acuosa ácida al material vegetal y el paso de sustancias disueltas, tales como cationes divalentes, fuera del material vegetal. Puesto que la red de celulosa-hemicelulosa-pectina puede servir como un "recipiente" en el que se produce la reacción, la estructura de esta red se ha de mantener intacta y no se debe desintegrar ya que esto puede dar como resultado la formación de una suspensión en la que la pectina se puede perder hacia la fase acuosa.

En una realización preferida de la presente invención, la solución acuosa ácida no contiene un disolvente orgánico. Preferiblemente, la solución acuosa es una solución acuosa inorgánica.

En una realización preferida de la presente invención, el hinchamiento del material vegetal proporciona una suspensión en la que el contenido de materia seca del material vegetal varía de 1%-15% en peso, p. ej. de 1%-10% en peso, típicamente de 4% a 8% en peso, tal como 6% en peso.

La suspensión de la materia prima vegetal que contiene pectina en la solución salina acuosa se produce, mientras se agita, a una temperatura inferior a 80°C, tal como inferior a 70°C, p. ej. 60°C o inferior, tal como 50°C o inferior, p. ej. 40°C o inferior, tal como 30°C o inferior, p. ej. 25°C o inferior, tal como en el intervalo de 0-80°C, p. ej. en el intervalo de 0-70°C, tal como en el intervalo de 0-60°C, p. ej. en el intervalo de 0-50°C, tal como en el intervalo de 10-40°C, p. ej. en el intervalo de 15-35°C, tal como en el intervalo de 20-30°C. A menudo, se prefieren las temperaturas en el intervalo de 0-35 debido a que de otro modo existe un riesgo de que el material vegetal se hinche demasiado rápidamente y la pectina se empieza a disolver.

El tiempo adecuado para proporcionar un hinchamiento suficiente del material vegetal se selecciona a fin de obtener una estructura que sea suficientemente permeable y que permita el paso de líquidos y sustancias disueltas. En una realización preferida según el tiempo de la presente invención, el material vegetal se deja hinchar en la solución acuosa ácida, dependiendo del tipo y el estado del material vegetal que contiene pectina, de 10 a 120 minutos para obtener un hinchamiento y una saturación de sal suficientes del material vegetal que contiene pectina. En otra realización, el tiempo seleccionado es de 1-100 minutos, tal como de 1-80 minutos, p. ej. de 1-70 minutos, tal como de 10-70 minutos, p. ej. de 10-60 minutos, tal como de 15-40 minutos, p. ej. de 20-30 minutos,

El tiempo requerido para obtener suficiente hinchamiento y agotamiento de los cationes divalentes, tales como calcio, depende, entre otras cosas, de las dimensiones físicas de la materia prima vegetal que contiene pectina, que puede estar en la forma de partículas que tienen un tamaño de partícula medio que varía de 1 mm o menos y hasta partes con una dimensión máxima de 5 mm. La suspensión de la presente invención se provee de un valor de pH que sea suficientemente bajo para lavar los cationes divalentes. En una realización de la presente invención, los cationes divalentes se pueden seleccionar del grupo que consiste en calcio (iones Ca^{2+}), magnesio (iones Mg^{2+}), estroncio (iones Sr^{2+}) o bario (iones Ba^{2+}).

En una realización preferida de la presente invención, la solución acuosa ácida tiene un valor del pH de 5 o menos, tal como pH 4 o menos, p. ej. pH 3 o menos, tal como pH 2 o menos, p. ej. pH 1, tal como en el intervalo de pH 1-5, p. ej. en el intervalo de pH 1-4, tal como en el intervalo de pH 2-4, p. ej. en el intervalo de pH 2-3. Preferiblemente, la solución acuosa ácida tiene un valor del pH en el intervalo de pH 1-2.

En una realización de la presente invención, la solución acuosa ácida en la etapa (ii) no comprende una sal. En una realización preferida de la presente invención, la solución acuosa ácida no comprende una sal que tenga un catión divalente.

PMIF

Cuando se trata el material vegetal según la presente invención, se puede obtener un producto pectínico que contiene fibras que puede estar agotado o sustancialmente agotado con respecto a cationes divalentes. En el presente contexto, los términos "agotado" y "sustancialmente agotado" se usan intercambiamente y se refieren a productos pectínicos que contienen fibras que tienen un contenido de cationes divalentes que es menor que el contenido de cationes divalentes originalmente presente en el material vegetal.

En una realización preferida de la presente invención, el material vegetal está agotado de cationes divalentes o sustancialmente agotado de cationes divalentes. Preferiblemente, el material vegetal se agota de cationes divalentes

- o se agota sustancialmente de cationes divalentes al retirar al menos 10% (p/p) de los cationes divalentes naturalmente presentes en el material vegetal, tal como al menos 20% (p/p) de los cationes divalentes, p. ej. al menos 30% (p/p) de los cationes divalentes, tal como al menos 40% (p/p) de los cationes divalentes, p. ej. al menos 50% (p/p) de los cationes divalentes, tal como al menos 60% (p/p) de los cationes divalentes, p. ej. al menos 70% (p/p) de los cationes divalentes, tal como al menos 80% (p/p) de los cationes divalentes, p. ej. al menos 90% (p/p) de los cationes divalentes, tal como al menos 95% (p/p) de los cationes divalentes, p. ej. al menos 98% (p/p) de los cationes divalentes.
- La temperatura durante el agotamiento de cationes divalentes del material vegetal debe ser inferior a 80°C, tal como inferior a 70°C, p. ej. 60°C o inferior, tal como 50°C o inferior, p. ej. 40°C o inferior, tal como 30°C o inferior, p. ej. 25°C o inferior, tal como en el intervalo de 0-80°C, p. ej. en el intervalo de 0-70°C, tal como en el intervalo de 0-60°C, p. ej. en el intervalo de 0-50°C, tal como en el intervalo de 10-40°C, p. ej. en el intervalo de 15-35°C, tal como en el intervalo de 20-30°C.
- En una realización preferida de la presente invención, el producto pectínico que contiene fibras obtenido en la etapa (iii) puede ser un producto fibroso insoluble en material vegetal (producto PMFI, por sus siglas en inglés).
- En una realización más de la presente invención, el producto PMFI puede ser capaz de absorber agua. Preferiblemente, so absorbidos al menos 0,1 g de agua por gramo de producto PMFI, tal como al menos 0,5 g de agua por gramo de producto PMFI, p. ej. al menos 1 g de agua por gramo de producto PMFI, tal como al menos 2 g de agua por gramo de producto PMFI, p. ej. al menos 3 g de agua por gramo de producto PMFI, tal como al menos 5 g de agua por gramo de producto PMFI, p. ej. al menos 10 g de agua por gramo de producto PMFI.
- En una realización de la presente invención, el producto PMFI puede estar agotado con respecto a un catión divalente.
- En una realización adicional de la presente invención, el catión divalente agotado del producto pectínico que contiene fibras y/o el producto PMFI puede ser calcio (iones Ca^{2+}), magnesio (iones Mg^{2+}), estroncio (iones Sr^{2+}) o bario (iones Ba^{2+}).
- En otra realización de la presente invención, el contenido de los cationes, tales como el catión divalente, presentes en el material vegetal y/o en el producto pectínico que contiene fibras, está en un contenido después del agotamiento de menos de 50 mmol/kg de materia seca, p. ej. 40 mmol/kg de materia seca o menos, tal como 30 mmol/kg de materia seca o menos, p. ej. 25 mmol/kg de materia seca o menos, tal como 20 mmol/kg de materia seca o menos, p. ej. 15 mmol/kg de materia seca o menos, tal como 10 mmol/kg de materia seca o menos, p. ej. 5 mmol/kg de materia seca o menos, tal como 1 mmol/kg de materia seca o menos, p. ej. 0,5 mmol/kg de materia seca o menos.
- Después de que se haya obtenido el producto PMFI de la suspensión, el producto PMFI se puede someter a un lavado (uno o más) usando agua, tal como agua desmineralizada. El producto PMFI y el agua se pueden separar para obtener un producto PMFI lavado. La separación se puede realizar mediante filtración, centrifugación, decantación o una combinación de las mismas.
- En una realización de la presente invención, el producto PMFI tiene un valor del pH de 5 o menos, tal como pH 4 o menos, p. ej. pH 3 o menos, tal como pH 2 o menos, p. ej. pH 1, tal como en el intervalo de pH 1-5, p. ej. en el intervalo de pH 1-4, tal como en el intervalo de pH 1-2, p. ej. en el intervalo de pH 2-4, p. ej. en el intervalo de pH 2-3.
- En una realización más de la presente invención, el producto PMFI lavado tiene un valor del pH de 6 o menos, tal como pH 5 o menos, p. ej. pH 4 o menos, tal como pH 3 o menos, p. ej. pH 2, tal como en el intervalo de pH 2-6, p. ej. en el intervalo de pH 2-5, tal como en el intervalo de pH 2-4, p. ej. en el intervalo de pH 3-4, p. ej. en el intervalo de pH 2-3.
- El producto PMFI y/o el producto PMFI lavado se puede someter a secado.
- En una realización de la presente invención, el producto PMFI y/o el producto PMFI lavado tiene un grado de esterificación en el intervalo de 10-55, tal como en el intervalo de 15-45, p. ej. en el intervalo de 20-40, tal como en el intervalo de 30-40.
- En una realización de la presente invención, el producto PMFI y/o el producto PMFI lavado tiene un grado de acetilación de 30 o menos, p. ej. un grado de acetilación de 25 o menos, tal como un grado de acetilación de 20 o menos, p. ej. un grado de acetilación de 15 o menos, tal como un grado de acetilación de 10 o menos, p. ej. un grado de acetilación de 5 o menos.
- El producto PMFI obtenible mediante el método según la presente invención puede ser capaz de formar un sistema en emulsión inestable.
- A fin de evaluar la estabilidad del sistema proporcionado por el producto PMFI, se evalúan los precipitados formados cuando se deja en reposo. Estos precipitados se pueden formar cuando el producto PMFI se mezcla con una fuente de cationes divalentes, tales como Ca^{2+} , agua y aceite. En una realización de la presente invención, el producto PMFI precipita cuando se deja en reposo durante un período de menos de 2 horas, tal como durante un período de menos de 1 hora, p. ej. durante un período de menos de 30 minutos, tal como durante un período de menos de 15 minutos,

p. ej. durante un período de menos de 10 minutos, tal como durante un período de menos de 5 minutos, p. ej. durante un período de menos de 2 minutos.

Lodo

5 La suspensión del material vegetal, el producto PMFI o el producto PMFI lavado se puede someter a un tratamiento que dé un contenido de materia seca por encima de 15% que proporcione un lodo de dicha suspensión del material vegetal.

10 En el presente contexto, el término "lodo" se refiere a una mezcla del material vegetal, el producto PMFI o el producto PMFI lavado en la que el contenido de materia seca se ha incrementado significativamente. Preferiblemente, el contenido de materia seca del lodo está por encima de 15% y el lodo se convierte en una mezcla difícilmente mezclable, que sin embargo se puede bombear y amasar. El alto contenido de materia seca y la alta concentración de agua permiten manipular el material de tal modo que se solubilice la pectina o se realice una derivación simultánea de ella, evitando la pérdida de sustancias pectínicas del lodo al ambiente. De este modo, el material vegetal se puede someter a diferentes tipos de tratamientos sin extraer la pectina.

15 Preferiblemente, el tratamiento que da un contenido de materia seca por encima de 15% (p/p) se selecciona del grupo que consiste en centrifugación, filtración, decantación, prensado (tal como prensado en filtro o prensado en correa), secado o cualquier combinación de los mismos.

En una realización de la presente invención, el contenido de materia seca del lodo está por encima de 15% (p/p), tal como por encima de 17% (p/p), p. ej. por encima de 20% (p/p), tal como por encima de 25% (p/p), p. ej. por encima de 35% (p/p), tal como por encima de 45% (p/p), p. ej. por encima de 50% (p/p).

20 En una realización de la presente invención, el lodo proporciona un sistema in situ al hinchar el material vegetal en la solución acuosa ácida sustancialmente sin sufrir pérdida de pectina del lodo. La parte de la pectina que se puede disolver del material vegetal hinchado continuará siendo una parte integrada del lodo.

En el presente contexto, el término "procedimiento" se refiere al manejo del lodo, tal como agitación o mezcla o amasado de reactivos añadidos.

25 PMSF

En una realización de la presente invención, el lodo se puede someter a una primera solución de neutralización del pH. Después de esta primera neutralización del pH, el producto pectínico que contiene fibras obtenido es un producto fibroso soluble en material vegetal (producto PMSF).

30 Preferiblemente, el pH del producto PMSF puede ser pH 2 o superior, tal como pH 3 o superior, p. ej. pH 4 o superior, tal como pH 5 o superior, tal como pH 6 o superior, p. ej. pH 7 o superior, tal como pH 8 o superior, tal como en el intervalo de pH 3-9, p. ej. en el intervalo de pH 4-8, tal como en el intervalo de pH 5-8, p. ej. en el intervalo de pH 4-6, tal como en el intervalo de pH 4-5.

35 Esta primera solución de neutralización del pH se puede efectuar mediante sustancias alcalinas débiles como diferentes sales de hidrogenocarbonatos, por ejemplo sales sódicas o potásicas. Preferiblemente, la primera solución de neutralización del pH puede ser citrato sódico.

En una realización de la presente invención, el producto PMSF tiene un grado de esterificación en el intervalo de 10-55, tal como en el intervalo de 15-45, p. ej. en el intervalo de 20-40, tal como en el intervalo de 30-40.

40 En una realización más de la presente invención, el producto PMSF tiene un grado de acetilación de 30 o menos, p. ej. un grado de acetilación de 25 o menos, tal como un grado de acetilación de 20 o menos, p. ej. un grado de acetilación de 15 o menos, tal como un grado de acetilación de 10 o menos, p. ej. un grado de acetilación de 5 o menos.

45 La temperatura durante la etapa de sometimiento del lodo a la primera solución de neutralización debe estar por debajo de 80°C, tal como por debajo de 70°C, p. ej. 60°C o inferior, tal como 50°C o inferior, p. ej. 40°C o inferior, tal como 30°C o inferior, p. ej. 25°C o inferior, tal como en el intervalo de 0-80°C, p. ej. en el intervalo de 0-70°C, tal como en el intervalo de 0-60°C, p. ej. en el intervalo de 0-50°C, tal como en el intervalo de 10-40°C, p. ej. en el intervalo de 15-35°C, tal como en el intervalo de 20-30°C.

50 El producto PMSF puede ser capaz de formar un sistema en emulsión estable. Preferiblemente, el producto PMSF puede ser capaz de emulsionar al menos 5% (p/p) de aceite tal como al menos 10% (p/p) de aceite, p. ej. al menos 20% (p/p) de aceite, tal como al menos 30% (p/p) de aceite, p. ej. al menos 40% (p/p) de aceite, tal como al menos 50% (p/p) de aceite, p. ej. al menos 60% (p/p) de aceite.

El sistema proporcionado por el producto PMSF puede no formar precipitados cuando se deja en reposo. Este efecto de precipitación se puede evaluar cuando el producto PMSF se mezcla con una fuente de cationes divalentes, tal como Ca²⁺, agua y aceite. En una realización de la presente invención, el producto PMSF no forma precipitados

cuando se deje en reposo durante un período de más de 2 minutos, tal como durante un período de más de 5 minutos, p. ej. durante un período mayor de 10 minutos, tal como durante un período de más de 15 minutos, p. ej. durante un período mayor de 30 minutos, tal como durante un período de más de 45 minutos, p. ej. durante un período mayor de 60 minutos, tal como durante un período de más de 2 horas, p. ej. durante un período mayor de 5 horas, tal como durante un período de más de 10 horas, p. ej. durante un período mayor de 24 horas, tal como durante un período de más de 5 días, p. ej. durante un período mayor de 10 días.

El producto PIMF, el producto PIMF lavado o el producto PMSF obtenible mediante el método según la presente invención pueden ser diferentes de otros productos pectínicos conocidos. Una característica distinta entre los productos pectínicos aislados según la presente invención y otras pectinas conocidas puede ser el grado de agrupamiento en bloques.

En el presente contexto, el término "grado de agrupamiento en bloques" se refiere a la distribución de los grupos ácido galacturónico a lo largo de la molécula de pectina. Bloqueo se refiere a la propiedad de grupos ácidos que están aglomerados conjuntamente en bloques en oposición a estar distribuidos de forma relativamente aleatoria a lo largo del polímero. Cuando los grupos ácidos se distribuyen aleatoriamente, sus cargas negativas individuales son relativamente débiles. Sin embargo, cuando los grupos ácidos están presentes en modo de bloque, las cargas negativas asociadas con los bloques son relativamente grandes. Para los propósitos de presente descripción, el grado de agrupamiento en bloques se expresa como la cantidad de moléculas de ácido galacturónico no metiladas (mono, di, y trímero) liberadas mediante el tratamiento con una endopoligalacturonasa, como un porcentaje del número total de moléculas de ácido galacturónico no esterificadas por gramo de pectina.

El método para determinar el grado de agrupamiento en bloques del producto PIMF el producto PIMF lavado o el producto PMSF según la presente invención es el mismo que el aplicado en el documento WO 00/58367 y por Daas, P.J.H. et al. (1988)..

En una realización de la presente invención, el producto PIMF, el producto PIMF lavado o el producto PMSF tiene un grado de agrupamiento en bloques de 6% o menos, preferiblemente un grado de agrupamiento en bloques de 5% o menos, p. ej. un grado de agrupamiento en bloques de 4% o menos, preferiblemente un grado de agrupamiento en bloques de 3% o menos, p. ej. un grado de agrupamiento en bloques de 2% o menos, preferiblemente un grado de agrupamiento en bloques de 1% o menos, p. ej. un grado de agrupamiento en bloques de 0,5% o menos.

En una realización adicional de la presente invención, la pectina aislada tiene un grado de agrupamiento en bloques de 6% o menos, preferiblemente un grado de agrupamiento en bloques de 5% o menos, p. ej. un grado de agrupamiento en bloques de 4% o menos, preferiblemente un grado de agrupamiento en bloques de 3% o menos, p. ej. un grado de agrupamiento en bloques de 2% o menos, preferiblemente un grado de agrupamiento en bloques de 1% o menos, p. ej. un grado de agrupamiento en bloques de 0,5% o menos y un grado de esterificación de 0-55%, tal como de 0-50%, p. ej. de 0-40%, tal como de 2-30%, p. ej. de 2-25%, tal como de 5-30%, p. ej. de 10-50%, tal como de 30-55%, p. ej. de 15-35%.

PMAF

En una realización preferida de la presente invención, el producto PMFI, el producto PMFI lavado o el producto PMSF en el estado de un lodo se puede someter adicionalmente a un tratamiento alcalino que proporcione un pH de 10 o superior, tal como un pH de 11 o superior, p. ej. un pH de 12 o superior, tal como un pH de 13 o superior, p. ej. un pH de 14, antes de obtener el producto pectínico que contiene fibras que proporciona un producto fibroso activado por material vegetal (producto PMAF, por sus siglas en inglés).

Preferiblemente, el tratamiento alcalino se puede proporcionar al añadir al lodo un reactivo alcalino seleccionado del grupo que consiste en amoníaco u otras aminas, diaminas o hidróxidos de bajo peso molecular de sodio, potasio y calcio o hidróxidos de bases orgánicas, tal como hidróxido de tetrametilamonio, carbonatos de sodio, potasio y sales alcalinas de fosfatos.

En una realización de la presente invención, el producto PMAF puede tener un grado de esterificación (DE) de 40% o menos, p. ej. un grado de esterificación de 30 o menos, tal como un grado de esterificación de 25 o menos, p. ej. un grado de esterificación de 20 o menos, tal como un grado de esterificación de 15% o menos, p. ej. un grado de esterificación de 10 o menos, tal como un grado de esterificación de 5 o menos, p. ej. un grado de esterificación de 1 o menos, tal como un grado de esterificación de 0.

En otra realización de la presente invención, el producto PMAF puede tener un grado de amidación (DA, por sus siglas en inglés) de 40% o menos, p. ej. un grado de amidación de 30 o menos, tal como un grado de amidación de 25 o menos, p. ej. un grado de amidación de 20 o menos, tal como un grado de amidación de 15% o menos, p. ej. un grado de amidación de 10 o menos, tal como un grado de amidación de 5 o menos, p. ej. un grado de amidación de 1 o menos, tal como un grado de amidación de 0.

Análogamente al grado de esterificación, el grado de amidación se define como el número de unidades de ácido galacturónico carboxamidadas expresado como un porcentaje de todas las unidades de ácido galacturónico en la molécula de pectina.

En particular, el producto PMAF se puede caracterizar por tener un grado de esterificación en el intervalo de 0-40, tal como en el intervalo de 0-30, p. ej. en el intervalo de 0-20, tal como en el intervalo de 0-10, p. ej. en el intervalo de 5-20, tal como en el intervalo de 10-15, tal como en el intervalo de 5-10, tal como en el intervalo de 0-8, p. ej. en el intervalo de 0-4, tal como en el intervalo de 0-2, p. ej. en el intervalo de 1-5, tal como en el intervalo de 2-3.

- 5 Alternativamente, el producto PMAF se puede caracterizar por tener un grado de acetilación de 30 o menos, tal como un grado de acetilación de 20 o menos, p. ej. un grado de acetilación de 15 o menos, tal como un grado de acetilación de 10 o menos, p. ej. un grado de acetilación de 5 o menos, tal como un grado de acetilación de 0.

- 10 En una realización de la presente invención el producto PMAF se puede caracterizar por tener un grado de esterificación (DE) de 40% o menos, p. ej. un grado de esterificación de 30 o menos, tal como un grado de esterificación de 25 o menos, p. ej. un grado de esterificación de 20 o menos, tal como un grado de esterificación de 15% o menos, p. ej. un grado de esterificación de 10 o menos, tal como un grado de esterificación de 5 o menos, p. ej. un grado de esterificación de 1 o menos, tal como un grado de esterificación de 0 y/o un grado de acetilación de 30 o menos, tal como un grado de acetilación de 20 o menos, p. ej. un grado de acetilación de 15 o menos, tal como un grado de acetilación de 10 o menos, p. ej. un grado de acetilación de 5 o menos, tal como un grado de acetilación de 0 y/o un grado de amidación (DA) de 40% o menos, p. ej. un grado de amidación de 30 o menos, tal como un grado de amidación de 25 o menos, p. ej. un grado de amidación de 20 o menos, tal como un grado de amidación de 15% o menos, p. ej. un grado de amidación de 10 o menos, tal como un grado de amidación de 5 o menos, p. ej. un grado de amidación de 1 o menos, tal como un grado de amidación de 0.

- 20 En una realización de la presente invención, el producto PMAF se puede someter a una segunda solución de neutralización del pH. Preferiblemente, la segunda solución de neutralización del pH puede ser un ácido orgánico o mineral. Más preferiblemente, la segunda solución de neutralización del pH puede ser ácido cítrico.

- 25 La temperatura durante la preparación del producto PMFI, el producto PMFI lavado, el producto PMSF o el producto PMAF puede estar preferiblemente por debajo de 80°C, tal como por debajo de 70°C, p. ej. 60°C o inferior, tal como 50°C o inferior, p. ej. 40°C o inferior, tal como 30°C o inferior, p. ej. 25°C o inferior, tal como en el intervalo de 0-80°C, p. ej. en el intervalo de 0-70°C, tal como en el intervalo de 0-60°C, p. ej. en el intervalo de 0-50°C, tal como en el intervalo de 10-40°C, p. ej. en el intervalo de 15-35°C, tal como en el intervalo de 20-30°C.

- 30 El producto fibroso activado por material vegetal (producto PMAF) obtenible mediante la presente divulgación puede ser capaz de formar un gel estable en presencia de calcio (iones Ca^{2+}) en sistemas que comprenden 25% (p/p) de sólidos o menos, tal como 20% (p/p) de sólidos o menos, p. ej. 15% (p/p) de sólidos o menos, tal como 10% (p/p) de sólidos o menos, p. ej. 5% (p/p) de sólidos o menos, tal como 3% (p/p) de sólidos o menos, p. ej. 1% (p/p) de sólidos o menos.

- 35 En una realización de la presente invención, el producto PIMF, el producto PIMF lavado, el producto PMSF y el producto PMAF se pueden diferenciar entre sí por diferencias en la viscosidad. Así, en sistemas acuosos enriquecidos con cationes divalentes, tales como iones calcio, bajo condiciones internas de fraguado de polímeros, la viscosidad del producto PIMF y el producto PIMF lavado son significativamente inferiores que la viscosidad del producto PMSF y la viscosidad del producto PMAF es significativamente superior que la viscosidad del producto PMSF.

- 40 En otra realización de la presente invención, el producto PIMF, el producto PIMF lavado, el producto PMSF y el producto PMAF se pueden diferenciar entre sí por diferencias en las propiedades de gelificación. Así, en sistemas acuosos enriquecidos con cationes divalentes, tales como iones calcio, bajo condiciones internas de fraguado de polímeros, el producto PIMF, el producto PIMF lavado no muestran sustancialmente propiedades de gelificación, de modo que el producto PMSF tiene propiedades de gelificación muy débiles en comparación con el producto PMAF, que posee propiedades de gelificación potentes.

Aislamiento de pectina de PMIF-PMSF-PMAF y el producto pectínico aislado

- 45 Los productos pectínicos que contienen fibras obtenibles mediante la presente invención también pueden ser materias primas muy adecuadas para la producción de productos pectínicos purificados. Estos productos pectínicos purificados (así como los productos pectínicos que contienen fibras como tales) pueden mostrar resistencias del gel sorprendentemente altas y propiedades que aportan viscosidad que sobrepasan las de pectina proporcionada convencionalmente.

Así, según la presente divulgación, un producto pectínico se puede proporcionar mediante el siguiente método:

- 50 (i) proporcionar un producto pectínico que contiene fibras según la presente invención,
 (ii) añadir un medio de extracción al producto pectínico que contiene fibras proporcionando una suspensión de extracción,
 (iii) ajustar el pH de la suspensión de extracción hasta un pH en el intervalo de 1-12,
 (iv) ajustar la temperatura de la suspensión de extracción hasta una temperatura en el intervalo de 0-120°C, y

(v) aislar el producto pectínico de la fase acuosa del medio de extracción.

En una realización de la presente divulgación, el medio de extracción puede tener un pH en el intervalo de 1-6, tal como en el intervalo de 2-6, p. ej. en el intervalo de 2-5, tal como en el intervalo de 3-5, p. ej. en el intervalo de 4-5.

5 La temperatura durante el procedimiento de extracción puede estar en el intervalo de 40-100°C, tal como en el intervalo de 60-80°C.

En una realización de la presente divulgación, el producto pectínico que contiene fibras se puede someter a un procedimiento de concentración antes del aislamiento de la pectina.

10 Después de que la pectina se haya liberado del producto pectínico que contiene fibras, el producto pectínico se puede aislar mediante cualquier método conocido tal como como precipitación, centrifugación, filtración, cromatografía, opcionalmente seguido por secado.

15 En una realización más de la presente divulgación, la pectina aislada tiene un grado de esterificación de 0-55%, tal como de 0-50%, p. ej. de 0-40%, tal como de 2-30%, p. ej. de 2-25%, tal como de 5-30%, p. ej. de 10-50%, tal como de 30-55%, p. ej. de 15-35% y/o un grado de amidación de no más de 50%, tal como no más de 40%, p. ej. no más de 30%, tal como no más de 25%, p. ej. no más de 20%, tal como no más de 10%, p. ej. no más de 5%, tal como no más de 2%, p. ej. no más de 1%, tal como 0.

El producto fibroso alimentario

El producto PIMF, el producto PMSF, el producto PMAF o el producto pectínico aislado han mostrado ser eficaces como un producto fibroso alimentario. Por lo tanto, el método según la presente divulgación puede ser adecuado para la preparación de un producto fibroso alimentario.

20 En el presente contexto, el término "producto fibroso alimentario" se refiere a la porción indigerible de alimentos vegetales que mueve el alimento a través del sistema digestivo, absorbiendo agua. Químicamente, los productos fibrosos alimentarios comprenden polisacáridos no amiláceos y generalmente los productos fibrosos alimentarios pueden comprender varios componentes vegetales diferentes tales como celulosa, lignina, ceras, quitinas, pectinas, beta-glucanos, inulina y oligosacáridos.

25 Una ventaja de los productos fibrosos alimentarios puede ser que promueven el crecimiento de microorganismos en el intestino y los productos fibrosos alimentarios no se digieren en el estómago, sino que en cambio son fermentados por la flora presente en el intestino. Esto hace que los productos fibrosos alimentarios actúen como un prebiótico.

30 En el presente contexto, el término "prebiótico" se refiere a una categoría de productos alimenticios funcionales, definidos como: Ingredientes alimenticios no digeribles que afectan beneficiosamente al anfitrión al estimular selectivamente el crecimiento y/o la actividad de una o un número limitado de bacterias en el colon o el intestino, y así mejoran la salud del anfitrión. Así, los productos fibrosos alimentarios se pueden caracterizar por ser un producto alimenticio prebiótico y/o un producto alimenticio funcional.

35 El efecto prebiótico obtenible mediante la presente divulgación puede influir en el sistema inmunitario ayudando a combatir diversas enfermedades. Sin embargo, el efecto prebiótico no necesariamente es solo para el tratamiento de una enfermedad, también puede tener el efecto de un tratamiento profiláctico.

En una realización de la presente divulgación, el producto fibroso alimentario puede ser un producto fibroso de material vegetal. Preferiblemente, el producto fibroso de material vegetal puede ser el producto PMIF, el producto PMSF, el producto PMAF, producto pectínico aislado, según se definen en la presente, o cualquier combinación de los mismos.

40 Preferiblemente, el producto fibroso alimentario se puede obtener de un material vegetal seleccionado del grupo que consiste en patata, remolacha azucarera, residuos de orujo procedentes de manzanas, pieles o pulpa de cítricos, tales como limón, naranja, mandarina, lima, pomelo, tabaco, cacao, girasol, calabaza, mango, tomate y aloe vera o pulpa de los mismos, en particular el material vegetal se selecciona de pulpa de patata y/o pulpa de remolacha azucarera.

45 En una realización de la presente invención, el producto fibroso alimentario (así como el producto PMIF, el producto PMSF, el producto PMAF y el producto pectínico aislado) puede comprender un contenido reducido de glucoalcaloides con relación a productos fibrosos alimentarios producidos convencionalmente. Preferiblemente, el contenido de glucoalcaloides se puede reducir en al menos 5% (p/p), tal como al menos 10% (p/p), p. ej. al menos 20% (p/p), tal como al menos 50% (p/p), p. ej. al menos 75% (p/p), tal como al menos 90% (p/p), p. ej. al menos 95% (p/p), con relación a productos fibrosos alimentarios producidos convencionalmente.

50 En el presente contexto, el término "glucoalcaloides" se refiere a una familia de compuestos venenosos encontrados en especie de la familia de la dulcamara. Un ejemplo notable de glucoalcaloides es la solanina, que se encuentra en las patatas. Los glucoalcaloides pueden tener un sabor amargo y pueden producir irritación ardiente en la parte posterior de la boca y el costado de la lengua cuando se comen. Los síntomas de envenenamiento incluyen diarrea y vómitos, por lo tanto, puede ser interesante limitar el contenido de glucoalcaloides en los productos alimenticios.

5 En una realización de la presente invención, el producto PMIF, el producto PMSF, el producto PMAF, el producto pectínico aislado o una combinación de los mismos se puede someter a un tratamiento de separación en el que el producto PMIF, el producto PMSF, el producto PMAF, el producto pectínico aislado o una combinación de los mismos se dividen (mediante de acción del tratamiento de separación) en fragmentos menores del producto PMIF, el producto PMSF, el producto PMAF y el producto pectínico aislado, dando como resultado diferentes fracciones fibrosas alimentarias que comprenden productos fibrosos alimentarios menores. Preferiblemente, el tratamiento de separación implica la acción de una enzima o una mezcla de enzimas.

En una realización de la presente divulgación, los productos fibrosos alimentarios comprenden una o más fracciones fibrosas alimentarias.

10 En una realización de la presente divulgación, los productos fibrosos alimentarios según la presente divulgación se pueden añadir a un producto alimenticio.

El producto alimenticio

15 Una estrategia común para reducir el riesgo de sobrepeso y obesidad ha sido reducir la toma de energía media al disminuir la toma de grasa alimentaria. La grasa alimentaria es un determinante principal para la densidad energética de la dieta y de ese modo para la toma de energía. Una reducción en el consumo diario de grasa, paralelamente con un incremento en el consumo de alimentos ricos en carbohidratos complejos, es parte de las recomendaciones alimentarias en muchos países.

20 Una estrategia adicional puede ser consumir alimentos con baja digeribilidad. Está bien establecido que el contenido de fibra alimentaria de la dieta es un determinante importante de la digeribilidad de energía y macronutrientes que aportan energía. Se ha sugerido que incrementar las cantidades de fibras alimentarias en el alimento promueve la saciedad y de ese modo reduce la toma de energía, y disminuye el tiempo de tránsito de alimento ingerido en el tracto intestinal.

25 En una realización de la presente divulgación, se puede proporcionar un producto alimenticio que comprende un producto fibroso de material vegetal, tal como el producto PMIF, el producto PMSF, el producto PMAF, el producto pectínico aislado, el producto fibroso alimentario, según se definen en la presente memoria, o cualquier combinación de los mismos.

30 En una realización adicional de la presente divulgación, el producto alimenticio se puede seleccionar del grupo que consiste en bebidas, una barra nutricional, una barra de aperitivo, un producto lácteo (tal como yogur, mantequilla, crema, suero de leche, yogur, leche cuajada, helado, queso o combinaciones de los mismos), un producto horneado tal como pan, pan de centeno, una pasta, una pasta de té, una galleta, pasta quebrada, paté, empanada y combinaciones de los mismos), un producto vegetal, un producto cárnico (tal como fuagrás, salchichas, albóndigas, hamburguesa, pastel de pescado y combinaciones de los mismos), cereales, aderezos, p. ej. para ensaladas, un producto semimanufacturado y combinaciones de los mismos.

35 El producto alimenticio según la presente divulgación puede estar en la forma de un producto semimanufacturado. En el presente contexto, el término "un producto semimanufacturado" se refiere a productos alimenticios no listos para ser comidos.

Preparaciones técnicas

40 Los productos obtenidos según la presente invención pueden ser un producto fibroso insoluble en material vegetal (producto PMFI), un producto fibroso insoluble en material vegetal lavado (producto PMFI lavado), un producto fibroso soluble en material vegetal (producto PMSF), un producto fibroso activado por material vegetal (producto PMAF) y/o un producto pectínico purificado.

45 Los productos según la presente invención pueden tener propiedades técnicas que permiten inmediatamente aplicaciones técnicas dentro de diversos campos. Las propiedades insuperadas de resistencia del gel, viscosificantes y emulsionantes del producto lo hacen adecuado para, p. ej., la encapsulación de, p. ej., agentes aromáticos y colorantes lipo- y/o hidrosolubles fácilmente volátiles. Una propiedad que se puede usar en la producción de alimentos y piensos, así como dentro de las industrias farmacéutica y cosmética, es, p. ej., encapsular micronutrientes, agentes saborizantes, vitaminas. Así, los productos pectínicos de la presente divulgación son útiles en la producción de composiciones farmacéuticas sólidas y líquidas, incluyendo, p. ej., comprimidos, suspensiones, emulsiones y como componentes en productos cosméticos, tales como perfumes, cremas y lociones.

50 Bajo ciertas condiciones de producción, el producto de la invención genera una película protectora alrededor del agente o los agentes de los que deseablemente se va a proteger, p. ej., oxígeno, luz, calor. Alternativamente, el agente que se va a proteger deseablemente puede estar embebido en un gel de encapsulación basado en el presente producto.

55 Por otra parte, el producto puede ser aplicable como un agente estructurante mediante adición directa y/o mediante la reestructuración de componentes en alimentos y piensos. En los piensos, p. ej., mediante la reestructuración de

carne residual como trozos, como un agente viscosificante en salsas, agentes formadores de gel junto con carne y harina de huesos y como un componente estructurante en productos de pienso seco bajo extrusiones a baja presión. Por otra parte, la adición del producto incrementará la estabilidad al autoclave de los productos de pienso y el vigoroso efecto emulsionante puede evitar la fuga de grasa durante el tratamiento en autoclave.

5 Una utilización particular de las propiedades técnicas que caracterizan a los productos pectínicos de la divulgación es usarlos en productos de tabaco, p. ej., como un sustituto parcial del tabaco o como un adyuvante técnica cuando se procesan las hojas de tabaco o para la encapsulación de tabaco y nicotina. Por otro lado, la adición de productos pectínicos de la divulgación a productos de tabaco será directamente estructurante y/o será utilizable cuando se reestructuren los productos de tabaco. Los productos pectínicos de la divulgación se suspenden fácilmente en agua
10 en altas concentraciones y, dependiendo del grado de activación del producto, se pueden manejar como una solución muy viscosa y pegajosa con un alto porcentaje de materia seca. Por la misma razón, el material de tabaco se puede reestructurar y pegar entre sí mediante la infusión de esta suspensión antes del secado. La presencia de un producto pectínico en los productos de tabaco acabados tiene un efecto de unión a agua y evita sí el secado hasta un nivel inaceptable. Se pueden disolver cualesquiera ingredientes de tabaco, o pueden formar una sal en la mezcla polimérica,
15 y se pueden mezclar con los diferentes productos pectínicos, tales como el producto PIMF, el producto PIMF lavado, el producto PMSF o el producto PMAF. Se debe apuntar que las propiedades protectoras del aroma anteriores, que son características de productos pectínicos de la divulgación, también se pueden aplicar para proteger componentes de aroma y sabor en el tabaco.

20 Se debe apuntar que, según la presente invención, las realizaciones y particularidades descritas en el contexto de uno de los aspectos de la presente invención también se aplican a otros aspectos de la invención.

Adicionalmente, aunque se pueden incluir particularidades individuales en diferentes reivindicaciones, estas posiblemente se puedan combinar ventajosamente, y la inclusión en diferentes reivindicaciones no implica que una combinación de particularidades no sea factible y/o ventajosa. Además, las referencias singulares no excluyen una pluralidad. Así, las referencias a "un", "uno", "primero", "segundo" no excluyen una pluralidad. Por otra parte, no se
25 considera que los signos de referencia en las reivindicaciones limiten el alcance.

Los siguientes ejemplos se incluyen para demostrar realizaciones particulares de la invención. Sin embargo, los expertos en la técnica deben apreciar, a la vista de la presente divulgación, que se pueden realizar muchos cambios en las realizaciones específicas que se divulgan y no obstante obtener un resultado igual o similar sin apartarse del alcance de la invención. Los siguientes ejemplos se ofrecen a modo de ilustración y no están destinados a limitar de
30 ningún modo la invención.

La invención se puede describir con más detalle en los siguientes ejemplos no limitativos.

Ejemplos

Ejemplo 1: Fabricación de un producto PMSF a partir de material vegetal de patata que comprende pectina.

35 Material vegetal secado que comprendía pectina procedente de la producción de almidón de patata que tenía un grado de esterificación DE= 47,1% y un grado de acetilación DAC= 39,8% y un contenido de calcio de 25,0 mmol/kg de materia seca se trató como se describe posteriormente:

Se suspendieron 850,0 g del material vegetal secado anterior en 30,0 litros de agua intercambiada iónicamente por medio de un homogeneizador de alta velocidad Ultra Turrax (UT). Simultáneamente con la adición del material vegetal secado se añadió una solución acuosa de ácido nítrico (2024,0 g 11,8% [g de HNO₃/100 g de solución]) dando un pH
40 final de 1,20. Después de 7 min de tratamiento con la velocidad 4 de graduación del UT a 7600 rpm, la temperatura era 13,6°C y la suspensión aparecía muy viscosa y formando espuma. La espuma se descartó en ½ hora de agitación del UT mientras la temperatura se incrementaba hasta 15,0°C. La suspensión se filtró a través de una tela y se deshidrató en un dispositivo de prensa de tornillo. La torta de la prensa se suspendió posteriormente bajo agitación del UT en la misma cantidad de agua intercambiada iónicamente y se acidificó con adición de ácido nítrico acuoso
45 (888,0 g 11,8%) hasta un pH final 1,29. Una vez más, la suspensión se filtró y se prensó como se describe anteriormente y l final se resuspendió en 25,0 litros de agua intercambiada iónicamente. El pH era 2,14 en suspensión y después de la filtración y la deshidratación la torta comprimida de producto PMIF se mantuvo en un frigorífico durante la noche y se procesó adicionalmente al día siguiente.

50 Se pusieron 3250,0 g del producto PMIF en una picadora de carne y bajo procesamiento constante se secó con aire caliente hasta que se alcanzaba un contenido de materia seca de alrededor de 30%. El material que fluye libremente se hizo reaccionar con una solución acuosa de amoníaco (75,0 g, 8,3%) bajo adición lenta del agente alcalino hasta un pH final 4,5 en polvo húmedo (10 g de polvo húmedo suspendidos en 200 g de agua). El material se secó en un ventilador calentador de aire caliente a 60°C durante la noche y finalmente se trituró para proporcionar un producto PMSF secado.

55 El contenido de materia seca del producto PMSF es 90% y el rendimiento era 490 g. El grado de esterificación era DE 47,1% y el grado de acetilación era DAC 39,8%. La concentración de calcio era 2,50 mmol/kg de materia seca.

Ejemplo 2: Ejemplo comparativo – efecto de la concentración de calcio sobre las propiedades emulsionantes de un producto PMSF.

5 Se suspendieron 200 kg de material vegetal secado procedente de la producción de almidón de patata al 10% de materia seca y se añadieron 600 kg de agua corriente que contenía 1,50 kg de hidróxido cálcico bajo agitación vigorosa a una temperatura de 15°C durante 50 minutos. El pH disminuía de 12,2 a 11,6 durante ese tiempo. La suspensión se dejó durante la noche y se prensó al día siguiente en una prensa filtrante (Flottwegg). Después de prensar y deshidratar el contenido de materia seca del material se midió hasta 28% antes de almacenar en un congelador potente. Más tarde, 5,00 kg de ese material se descongelaron y se molieron en una picadora mientras se añadían lentamente 55,0 g de monohidrato de ácido cítrico. Mediante esto, el pH se ajustaba hasta 4,5 en la combinación final antes de secar en un ventilador secador de aire caliente a 60°C. El material secado se trituró a través de tamices de 1,0 mm y 0,5 mm. La concentración de calcio era 449,0 mmol/kg de materia seca.

15 Se suspendieron 4,0 g del material secado rico en calcio anterior en 110,5 g de agua intercambiada iónicamente bajo tratamiento de homogeneización con UT según la fórmula rusa descrita en el ejemplo 11 y se calentaron en un horno de microondas hasta ebullición. Después de enfriar, la suspensión casi carecía de viscosidad. Ahora, se añadían 30,0 g de aceite vegetal a los 114,5 g de suspensión bajo agitación vigorosa a alta velocidad y la mezcla se dejó por sí misma durante unos pocos minutos. Después de reposar, la mezcla de aceite/agua se separa en dos fases distintas sin signos de estabilidad de la emulsión de aceite/agua.

20 4,0 g del mismo material secado rico en calcio anterior se lavaron con ácido exhaustivamente sobre un filtro de vidrio y se transfirieron a un vaso de precipitados que contenía 110,5 g de agua intercambiada iónicamente. El pH se elevaba ahora hasta 4,5 con una solución acuosa diluida bajo agitación de alta velocidad con un equipo Ultra Turrax para proporcionar un producto PMSF como en el ejemplo 1 que tenía una concentración de calcio de 3,28 mmol/kg de materia seca. Poco después del inicio de la agitación, la suspensión se volvía muy viscosa y se añadían 30,0 g de aceite vegetal a los 114,5 g de suspensión mientras se agitaba. Una emulsión cremosa homogénea blanca estable era una realidad inmediatamente después de la mezcla. La emulsión se almacenó estable en un frigorífico durante 25 semanas.

Ejemplo 3: Fabricación de un producto PMAF a partir de material vegetal de patata que comprende pectina.

30 Se suspendieron 850,0 g de material vegetal secado procedente de una producción de almidón de patata, que tenía un grado de esterificación DE= 47,1% y un grado de acetilación DAC= 39,8% y un contenido de calcio de 25,0 mmol/kg de materia en 30,0 litros de agua intercambiada iónicamente por medio de un homogeneizador de alta velocidad Ultra Turrax (UT). El tratamiento con ácido nítrico y agua y el aislamiento de la torta filtrante era como se describe en el ejemplo 1 y el producto PMIF resultante tenía un pH final de 2,29 antes del comienzo del procedimiento de activación. El material dividido en mitades de 3750,0 g cada una se puso en una picadora bajo procesamiento constante y se secó con aire caliente hasta que se alcanzaba un contenido de materia seca de alrededor de 23%-27%. El material que fluía libremente resultante de la etapa de secado se hizo reaccionar con una solución de hidróxido sódico al 9% (g de NaOH/100 g de solución) con adición lenta del agente alcalino al polvo húmedo. El pH se elevaba hasta 12,2 en el material a una temperatura de 38°C al añadir 159,2 g de solución acuosa de hidróxido sódico durante 12 minutos de picado a alta velocidad.

40 Reducir la velocidad del tratamiento de una hora en la picadora se llevó a cabo hasta que el pH haya caído hasta 12,0. Se añadió solución de ácido nítrico (330,0 g 12,4%) hasta que el pH hubiera disminuido hasta 4.8. El material se secó en un ventilador calentador de aire caliente a 60°C durante la noche y finalmente se trituró hasta un polvo fino para proporcionar un producto PMAF.

El producto PMAF tenía un grado de esterificación (DE) de casi cero, justo cuando el grado de acetilación (DAC) estaba por debajo del intervalo medible. La concentración de calcio era 2,7 mmol/kg de materia seca.

45 Ejemplo 4: Fabricación optimizada de un producto PMAF a partir de material vegetal de patata que comprende pectina, reduciendo el uso de base y ácido.

50 El material restante procedente del ejemplo 3 (3750,0 g) se trató del mismo modo que en el ejemplo 3 anterior, pero a un nivel inferior de consumo de hidróxido sódico. Se añadieron 94,0 g de hidróxido sódico durante 8 minutos de picado a alta velocidad mientras el pH se incrementaba hasta pH 11,6 en el material. Después de un tiempo de reacción de una hora a 38°C, el pH ha disminuido hasta pH 10,0. Se añadió una solución acuosa de ácido nítrico (91,1 g 12,4%) hasta que el pH hubiera disminuido hasta pH 5,0. El material se secó en un ventilador calentador de aire caliente a 60°C durante la noche y finalmente se trituró hasta un polvo fino proporcionando un producto PMAF.

La muestra se probó usando la fórmula rusa descrita en el ejemplo 11 y exhibía una excelente resistencia del gel indicativa de bajos DE, DAC y concentración de calcio, según se menciona en el ejemplo 2. La concentración de calcio era 2,72 mmol/kg de materia seca. Los geles contienen fibras solubles e insolubles y el pH es alrededor de 3,0.

55 Ejemplo 5: Fabricación de un producto PMSF a partir de material vegetal de patata que comprende pectina con adición de NovoShape™ para disminuir el grado de esterificación.

Se suspendieron 5,0 kg de material vegetal fresco directamente de una producción de almidón de patata que tenía una concentración de calcio de 25,0 mmol/kg de materia seca, un DE de 47,1% y un DAc de 39,8% en 20,0 litros de agua corriente y el pH se ajustó hasta pH 1,3 con ácido nítrico acuoso al 30% bajo agitación con UT. El material vegetal tratado con ácido se aisló como se describe en el ejemplo 1 y se resuspendió y se lavó una vez con agua intercambiada iónicamente dando un pH 2,2 en el material prensado. El pH se ajustó hasta pH 4,5 usando 50,0 g de dihidrato de cloruro cálcico y la temperatura se elevó hasta 34,6°C. Se dosificaron 20,0 ml de NovoShape™ a la suspensión bajo agitación suave. Después de 15 minutos, el material se aisló en una tela según se describe en el ejemplo 1 y se deshidrató en una prensa hidráulica para proporcionar un producto PMSF.

El contenido de materia seca del producto PMSF era 29,7% después del prensado hidráulico. El grado de esterificación DE era 21%.

Ejemplo 6: Ejemplo comparativo – fabricación de un producto PMSF a partir de material vegetal de piel de limón que comprende pectina.

El DE de pieles de limón naturales estaba alrededor de 70%, y se puede reducir antes de someterse al método de la presente invención. Un método para reducir el DE puede ser como se describe en el documento WO05/003178, pero se podrían usar otros métodos, p. ej. degradación enzimática.

Se suspendieron 1,60 kg de material vegetal seco procedente de pieles de limón que tenía una concentración de calcio de 245,2 mmol/kg de materia seca, un DE de 70% y un DAc de 0% en 15,0 kg de agua corriente y 7,0 kg de hielo triturado con un contenido de 360,0 g de cloruro sódico y 132,0 g de dihidrato de cloruro cálcico. El material de pieles se hinchó bajo agitación suave durante 30 minutos a -1,5°C. Después de que se añadieran cuidadosamente 72,0 g de hidróxido cálcico a la suspensión, mediante lo cual el polvo de hidróxido cálcico se distribuía homogéneamente en un minuto en la suspensión. La reacción se realizó a -1,5°C y se detuvo después de 16 minutos mediante la adición de ácido nítrico acuoso al 30% hasta pH 1,0. Después de 11 minutos de tratamiento con ácido, el material se aisló sobre una tela y se prensó en un dispositivo hidráulico hasta 16% de materia seca. El lavado con ácido se repitió dos veces con 20,0 litros de agua hasta pH 1,3 y se acabó al lavar dos veces con el mismo volumen de agua intercambiada iónicamente sin más adición de ácido. El pH en el producto PMIF final era 2,4. Bajo el procedimiento de lavado, la suspensión ácida se trató en UT a una alta velocidad de agitación.

El producto PMIF prensado resultante tenía un contenido de materia seca de 16,0%, el grado de esterificación era DE = 42,8% y la concentración de calcio era 85,7 mmol/kg de materia seca.

Se picaron cuidadosamente 4,0 kg del susodicho material en una picadora de carne y se secaron hasta 2,9 kg con un secador de pelo a lo largo de un tratamiento de 45 minutos. Se añadieron lentamente bajo picadura continua durante un tiempo de mezcla de 27 minutos 433,0 g de hidróxido sódico acuoso al 10% y la picadura se continuó durante 60 minutos. El material se secó hasta que se alcanzaba un polvo fluido fino sin grumos y se secó adicionalmente en un horno y se trituró para proporcionar un producto PMSF.

El pH de una suspensión al 1% era 6,0, el grado de esterificación era DE = 12,8% y la concentración de calcio era 87,5 mmol/kg de materia seca. La muestra era y exhibía una excelente resistencia del gel cuando se medía según la fórmula rusa del ejemplo 11 indicativa de bajo DE (y DAc) según se menciona en el ejemplo 2.

También usando la fórmula rusa, en un experimento similar después de empezar la agitación, cuando la suspensión de volvía muy viscosa, se añadían 30,0 g de aceite vegetal a los 114,5 g de suspensión mientras se agitaba. Se formaba una emulsión cremosa homogénea estable blanca durante la mezcla. La emulsión se almacenaba establemente en un frigorífico durante 2 semanas como en el ejemplo 2.

En un tercer experimento que por lo demás sigue la fórmula rusa, se añadieron 50 mg de hexametáfosfato sódico a la emulsión blanca cremosa y además se trataron con UT. Posteriormente, se añadieron 250 mg de dihidrato de sulfato cálcico bajo agitación a alta velocidad. La suspensión emulsionada se calentó en un horno de microondas durante unos pocos minutos. Después de enfriar, se alcanzaba un gel emulsionado blanco de resistencia del gel y estabilidad altas.

Ejemplo 7: Ejemplo comparativo – Fabricación de un producto PMSF a partir de material vegetal de tabaco triturado que comprende pectina.

Material vegetal seco que consistía en tallos de tabaco que tenía una concentración de calcio de 463,7 mmol/kg de materia seca, un DE de 20,2% y un DAc de 11,8% se trituró a través de tamices de 0,2 mm. Se suspendieron 742,5 g del material vegetal triturado en 10,0 litros de agua intercambiada iónicamente. Bajo agitación suave con una paleta, se añadieron 560,6 g de solución acuosa de hidróxido sódico (10%) y la reacción continuó 2 horas y 36 minutos. Durante ese intervalo de tiempo, el pH disminuía de pH 12,20 hasta pH 11,84 y la temperatura se incrementaba de 15,3°C a 18,5°C. Se añadió ácido nítrico acuoso diluido (20,9%) y el pH se llevó hasta 1,09 en la suspensión. El material activado se aisló sobre una tela y se deshidrató como se describe anteriormente en una prensa de tornillo.

La torta de la prensa se suspendió en 5,0 litros de agua intercambiada iónicamente y el pH se redujo hasta 1,22 con ácido nítrico diluido. Después de la filtración, se llevó a cabo otro lavado con ácido a pH 1,11. El material sólido se

aisló como anteriormente y se lavó de nuevo tres veces dando un pH en el último lavado de alrededor de pH 2,3. Ahora, el material se aislaba de nuevo sobre una tela y se prensaba hasta un contenido de materia seca de 30,7%, proporcionando de ese modo un producto PMIF basado en material vegetal de tabaco triturado con DE y DAc muy bajos (menores de 5%).

- 5 El material húmedo se puso en una picadora de carne y se añadió solución acuosa de hidróxido sódico (10%) bajo picadura a alta velocidad. Se dosificaron 199,0 g de solución acuosa de hidróxido sódico hasta que el pH fuera 5,4 en la pasta. El material se secó en un ventilador calentador de aire caliente a 60°C durante 300 minutos y finalmente se trituró hasta un polvo fino para proporcionar un producto PMSF.

- 10 La resistencia del gel del producto PMSF resultante que tenía una concentración de calcio reducida (menos de 150 mmol/kg de materia seca), DE y DAc muy bajos (menores de 5%) se determinó según la fórmula rusa (véase el ejemplo 11) y se mostró que la resistencia del gel era muy alta.

Ejemplo 8: Ejemplo comparativo – fabricación de un producto PMSF a partir de material vegetal de tabaco que comprende pectina.

- 15 Se suspendió material vegetal secado que consistía en tallos de tabaco (1500,0 g) que tenía una concentración de calcio de 463,7 mmol/kg de materia seca, un DE de 20,2% y un DAc de 11,8% en 20,0 litros de agua intercambiada iónicamente a una temperatura de 12,6°C. Bajo agitación suave con una paleta, se añadieron 1000,0 g de solución acuosa de hidróxido sódico (10%) y la reacción continuó durante 45 minutos. Durante ese intervalo de tiempo, el pH se reducía de pH 12,30 a pH 11,76 y la temperatura se incrementaba de 12,6°C a 13,8°C. El material activado se aisló sobre una tela y se deshidrató como anteriormente en una prensa de tornillo durante 20 minutos. La torta de prensa se suspendió en 20,0 litros de agua intercambiada iónicamente y el pH se llevó hasta 1,30 con ácido nítrico acuoso (30%). Después de la filtración y el prensado, se llevó a cabo un lavado con ácido a pH 1,09 en 20,0 litros de agua intercambiada iónicamente. Se repitió el mismo procedimiento a pH 1,30 seguido por un lavado simple con agua con 20 litros de agua intercambiada iónicamente. El pH era 2,3 en el agua de lavado y el material lavado se prensó hasta 27,7% de materia seca proporcionando un producto PMIF basado en material vegetal de tabaco entero.

- 25 El material húmedo se puso en una picadora de carne y se añadieron lentamente 500,0 g de solución acuosa de amoníaco (2%) bajo picadura a alta velocidad hasta que el pH fuera 4,6 en la pasta homogénea. El material se secó en un ventilador calentador de aire caliente a 60°C durante la noche y finalmente se trituró hasta un polvo fino, dando como resultado un producto PMSF.

- 30 La resistencia del gel del producto PMSF determinada según la fórmula rusa (véase el ejemplo 11) era extremadamente alta. La concentración de calcio era 127,7 mmol/kg de materia seca y el DE y DAc eran muy bajos (menores de 5%).

Ejemplo 9: Fabricación de un producto PMSF a partir de material vegetal de tabaco entero que comprende pectina sin tratamiento con base inicial.

- 35 Se suspendió material vegetal secado que consistía en tallos de tabaco (1500,0 g) que tenía una concentración de calcio de 463,7 mmol/kg de materia seca y un DE de 20,2% y un DAc de 11,8% en 20,0 litros de agua intercambiada iónicamente a una temperatura de 13,8°C. Bajo agitación suave con una paleta, se añadieron 1000,0 g de solución acuosa de ácido nítrico (30%) y la mezcla se agitó continuamente durante 30 minutos. Durante ese intervalo de tiempo, el pH se mantuvo a 1,05 a temperaturas alrededor de 14°C. El material tratado con ácido se aisló sobre una tela y se deshidrató en una prensa de tornillo durante un tiempo de 20 minutos. La torta de prensa se suspendió de nuevo en 20,0 litros de agua intercambiada iónicamente y el pH se llevó hasta 1,05 con 647 g de ácido nítrico acuoso (30%) y se mantuvo así durante 20 minutos bajo tratamiento intermitente con UT. Después de la filtración y el prensado, se llevó a cabo otro lavado con ácido a pH 1,10 en 20,0 litros de agua intercambiada iónicamente con 513 g de ácido nítrico acuoso al 30% bajo tratamiento con UT. El lavado con ácido fue seguido por un lavado simple con agua con 20 litros de agua intercambiada iónicamente. El pH era 1,9 en el agua de lavado y el material lavado se prensó para proporcionar un producto PMIF con DE y DAc inalterados).

- 45 El material se procesó adicionalmente a temperatura ambiente en una picadora de carne a alta velocidad mediante la adición lenta de 427,0 g de solución acuosa de amoníaco (2%). Después de 30 min, el pH era 4,5 en una solución al 1% de material picado. El material se secó en un ventilador calentador de aire caliente a 60°C durante la noche y finalmente se trituró hasta un polvo fino para proporcionar un producto PMSF que tiene un porcentaje de materia seca de 90%, una concentración de calcio de 14,8 mmol/kg de materia seca y DE y DAc como la materia prima.

50 La resistencia del gel se determinó según la fórmula rusa (véase el ejemplo 11) y se mostró que era alta, pero más elástica que la formulación de gel de PMAF descrita en el ejemplo 10 posteriormente. El gel mostraba una débil tendencia a la sinéresis.

Ejemplo 10: Fabricación de un producto PMAF a partir de material vegetal de tabaco entero que comprende pectina.

- 55 Se trató material vegetal secado que consistía en tallos de tabaco (1500,0 g) que tenía una concentración de calcio de 463,7 mmol/kg de materia seca y un DE de 20,2% y un DAc de 11,8% como en el ejemplo 9, y se procesó

5 adicionalmente a temperatura ambiente en una picadora de carne a alta velocidad mediante la adición lenta de 380,0 g de hidróxido sódico acuoso (10%) durante 33 minutos. Después de 60 minutos de picadura, el pH era 9,4 y el material se neutralizó finalmente hasta pH 6,6 con una pequeña cantidad de monohidrato de ácido cítrico. El material se secó en un ventilador calentador de aire caliente a 60°C durante la noche y se trituro hasta un polvo fino, proporcionando de ese modo un producto PMAF que tenía una concentración de calcio de 38,0 mmol/kg de materia seca, un DE de 7,8% y un DAc de 7,0%.

La resistencia del gel se determinó según la fórmula rusa (véase el ejemplo 11) y se mostró que era extremadamente alta e incluso superior que el gel descrito en el ejemplo 9, y la tendencia a la sinéresis también era superior que en el ejemplo 9. La concentración de calcio era 38,0 mmol/kg de materia seca.

10 También se observaron propiedades de emulsionamiento como las descritas anteriormente con tallos de tabaco tratados con álcali en el ejemplo tanto 8 como 9.

Ejemplo 11: La fórmula rusa

15 Se suspendieron 4,00 g de la fibra que contenía producto pectínico, tal como el producto PMSF obtenido en el ejemplo 2 y 5-9 o el producto PMAF obtenido en el ejemplo 3, 4 y 10 en 110,5 g de agua agotada en calcio con un contenido de 0,100 g de hexametáfosfato sódico.

Se añade amoníaco de solución concentrada al 25% hasta que el pH sea 4,5 bajo agitación a alta velocidad por medio de una máquina Ultra Turrax (UT).

Cuando la suspensión sea muy viscosa, añádanse 60 g de azúcar bajo tratamiento con UT.

20 Pésese hidrogenofosfato dicálcico con dos moles de agua en una cubeta de pesada y transfírase cuantitativamente a la solución de polímero por medio de 5 g x 2 de agua intercambiada iónicamente bajo tratamiento con UT.

Disuélvanse 2,2 g de glucono-delta-lactona (GDL) en 12,5 g de agua intercambiada iónicamente fría y transfírase la solución con 2,5 g de agua intercambiada iónicamente a la solución de polímero bajo tratamiento con UT.

Cuélese la solución viscosa en platos de plástico envueltos con cinta.

Después de 24 horas, el exceso de gel se retira por medio de un alambre para queso y se mide la resistencia del gel.

25 La receta con un contenido de 466 ppm de calcio en el gel se describe posteriormente:

I)	
Producto pectínico que contiene fibras	4,00 g (2%)
Hexametáfosfato sódico	0,100 g
Agua intercambiada iónicamente	110,5 g
Azúcar	60,0 g (30%)
II)	
Glucono-delta-lactona	2,2 g
Hidrogenofosfato dicálcico, 2H ₂ O	0,410 g
Agua intercambiada iónicamente	25,0 g
Suma	202,0 g
La fracción I se puede calentar hasta el punto de ebullición para mejorar la solubilidad del producto pectínico que contiene fibras si es necesario. El peso de la solución viscosa justo antes de colar el gel será 200 g	

REFERENCIAS

US 5.567.462

WO 05/003178

WO 00/58367

- 5 Daas, P.J.H. et al., "Anal. Biochem.", 257(2), pp 195-202 (1988)

REIVINDICACIONES

1. Un método para proporcionar un producto pectínico que contiene fibras a partir de un material vegetal, dicho método comprende las etapas de:

- 5 (i) proporcionar un material vegetal que comprende pectina, donde dicha pectina tiene un grado de esterificación de 55% o menos, y en donde el material vegetal no se ha sometido a ningún tipo de pretratamiento
- (ii) añadir una solución acuosa ácida al material vegetal que contiene pectina obtenido en la etapa (i) en donde la solución ácida no comprende un disolvente orgánico y no comprende una sal, y proporcionar una suspensión del material vegetal, donde el material vegetal suspendido proporciona un sistema *in situ* al hinchar el material vegetal bajo condiciones en las que la pectina se mantiene dentro del material vegetal y no se disuelve o extrae durante el hinchamiento, y
- 10 (iii) obtener el producto pectínico que contiene fibras de la suspensión proporcionada en la etapa (ii),

en donde el material vegetal se deja hinchar en la solución acuosa ácida de 10 a 120 minutos y el material vegetal se agota sustancialmente de cationes divalentes durante dicho hinchamiento y en donde el término se agota sustancialmente se refiere a productos pectínicos que contienen fibras que tienen un contenido de cationes divalentes que es menor que el contenido de cationes divalentes originalmente presente en el material vegetal.

15

2. Un método según la reivindicación 1, en el que material vegetal se agota de cationes divalentes o se agota sustancialmente de cationes divalentes al retirar al menos 10% (p/p) de los cationes divalentes naturalmente presentes en el material vegetal, tal como al menos 20% (p/p) de los cationes divalentes, p. ej. al menos 30% (p/p) de los cationes divalentes, tal como al menos 40% (p/p) de los cationes divalentes, p. ej. al menos 50% (p/p) de los cationes divalentes, tal como al menos 60% (p/p) de los cationes divalentes, p. ej. al menos 70% (p/p) de los cationes divalentes, tal como al menos 80% (p/p) de los cationes divalentes, p. ej. al menos 90% (p/p) de los cationes divalentes, tal como al menos 95% (p/p) de los cationes divalentes, p. ej. al menos 98% (p/p) de los cationes divalentes.
- 20

3. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el producto pectínico que contiene fibras obtenido en la etapa (iii) es un producto fibroso insoluble en material vegetal (producto PMFI).

- 25 4. Un método según la reivindicación 3, en el que al menos 0,1 g de agua son absorbidos por gramo de producto PMFI, tal como al menos 0,5 g de agua por gramo de producto PMFI, p. ej. al menos 1 g de agua por gramo de producto PMFI, tal como al menos 2 g de agua por gramo de producto PMFI, p. ej. al menos 3 g de agua por gramo de producto PMFI, tal como al menos 5 g de agua por gramo de producto PMFI, p. ej. al menos 10 g de agua por gramo de producto PMFI.

- 30 5. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la suspensión del material vegetal se somete a un tratamiento que da un contenido de materia seca por encima de 15%, proporcionando un lodo de dicha suspensión del material vegetal.

- 35 6. Un método según la reivindicación 5, en el que el lodo se somete a una primera solución de neutralización del pH antes de obtener el producto pectínico que contiene fibras, proporcionando un producto fibroso soluble en material vegetal (producto PMSF).

7. Un método según la reivindicación 6, en el que el producto PMFI, el producto PMFI lavado o el producto PMSF se somete además a un tratamiento alcalino que proporciona un pH de 10 o superior, tal como un pH de 11 o superior, p. ej. un pH de 12 o superior, tal como un pH de 13 o superior, p. ej. un pH de 14, antes de obtener el producto pectínico que contiene fibras, proporcionando un producto fibroso activado por material vegetal (producto PMAF).

- 40 8. Un método según la reivindicación 7, en el que el producto PMAF tiene un grado de esterificación de 40% o menos, p. ej. un grado de esterificación de 30 o menos, tal como un grado de esterificación de 25 o menos, p. ej. un grado de esterificación de 20 o menos, tal como un grado de esterificación de 15% o menos, p. ej. un grado de esterificación de 10 o menos, tal como un grado de esterificación de 5 o menos, p. ej. un grado de esterificación de 1 o menos, tal como un grado de esterificación de 0.