

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 731 587**

51 Int. Cl.:

C08B 37/06 (2006.01)

A24B 15/00 (2006.01)

A23L 29/231 (2006.01)

A23L 19/00 (2006.01)

A23L 33/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.07.2004 PCT/DK2004/000487**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.01.2005 WO05003178**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.07.2004 E 04738984 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.03.2019 EP 1641832**

54 Título: **Método para preparar pectina que contiene fibras y productos y usos de la misma**

30 Prioridad:

07.07.2003 DK 200301037

27.01.2004 DK 200400112

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

18.11.2019

73 Titular/es:

**KMC KARTOFFELMELCENTRALEN AMBA
(100.0%)**

**Herningvej 60
7330 Brande, DK**

72 Inventor/es:

**LARSEN, PETER, FROMHOLT y
MATHIASSEN, MORTEN, JUULSGAARD**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 731 587 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 pectina que contiene fibras y productos y usos de la misma

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere al campo de la preparación de productos de pectina a partir de materiales vegetales que contienen pectina. En particular, se proporciona un nuevo método para preparar nuevos productos de pectina que contienen fibras así como nuevos productos de pectina obtenidos a partir de dicho producto de pectina que contiene fibras.

Antecedentes técnicos y técnica anterior

10 En la producción industrial de almidón de patata a partir de patatas, la denominada pulpa de patata, la masa fibrosa de la patata está entre los subproductos obtenidos. Son conocidos subproductos o productos residuales similares a partir de otras producciones de base agrícola, por ejemplo, rodajas de remolacha azucarera a partir de la producción de remolachas azucareras, cortezas cítricas y pulpa de cítricos a partir de la fabricación de zumo o aceites etéreos de frutas cítricas y residuos de hollejo a partir de la producción de sidra.

15 Estos subproductos vegetales son considerados a menudo como productos residuales para ser desechados de la forma más apropiada y menos costosa. Sin embargo, se entenderá que puede haber bastantes ventajas obvias desarrollando adicionalmente estos subproductos vegetales en forma de productos de mayor valor comercial.

20 Una característica común de estos subproductos es que consisten esencialmente (aproximadamente 80-100%) en fibras vegetales solubles e insolubles, de las que aproximadamente 60-80% son fibras dietéticas, que incluyen tres biopolímeros: celulosa, hemicelulosa y pectina, implicadas en la estructura de todas las paredes de células vegetales, que pueden ser concebidas como un retículo de celulosa-hemicelulosa-pectina en el que la pectina, aparte de ser un elemento estructural, constituye también en "cemento" que confiere rigidez a las células vegetales. Esta estructura completa, en la que la pectina está unida a los otros componentes de la pared celular mediante enlaces covalentes, enlaces de hidrógeno y/o interacción iónica, se denomina a menudo protopectina. La pectina, por sí misma, puede ser obtenida mediante extracción hidrolítica controlada, ácida o básica, de protopectina.

25 La pectina es un polímero lineal compuestos por unidades de ácido α -D-galacturónico unido mediante enlaces a-1,4-glicosídicos a cadenas largas de poli(ácido galacturónico). Las unidades de ácido galacturónico son esterificadas con metanol hasta un grado variable. Por tanto, se hace una distinción entre la pectina de éster elevado que tiene un grado de esterificación (DE) de más de 50% y la pectina de éster bajo que tiene un grado de esterificación de menos de 50%. El grado de esterificación se define como el número de unidades de ácido galacturónico esterificado con metilo expresadas como un porcentaje de las unidades totales de ácido galacturónico en la molécula de pectina y, por tanto, pueden tener un valor entre 0% y 100%.

30 En la pectina de algunos tipos de material vegetal, por ejemplo, patatas y remolachas azucareras, una parte variable de las unidades de ácido galacturónico puede ser además acetilada, expresada como en grado de acetilación (DAc) que se define, de forma análoga al grado de esterificación, como el número de unidades de ácido galacturónico acetiladas como un porcentaje de todas las unidades de ácido galacturónico.

35 Los azúcares nuestros, como galactosa, glucosa, ramnosa, arabinosa y xilosa, pueden formar parte también del polímero de pectina como cadenas laterales o como miembros de la cadena de poli(ácido gacturónico).

40 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 de azúcares que son dominantes y son individualmente citados como xilanos, arabinogalactanos, glucomanos, etcétera.

Es conocido en la técnica anterior el modo de desesterificar pectina y materiales que contienen pectina con ácidos o bases.

45 Por tanto, el documento US-5.567.462 describe un método para preparar composiciones pecto-celulósicas y pectina a partir de materiales primas vegetales que contienen pectina, como cortezas de cítricos, pulpa de remolacha azucarera, residuos de girasol y residuos de hollejo. El método consiste en tratar la materia prima de la planta desmenuzada con un ácido, por ejemplo, ácido fosfórico o nítrico, o con una base, por ejemplo, hidróxido de sodio o carbonato de sodio, para proporcionar una mezcla que consiste en una fase sólida que contiene componentes de celulosa y una fase líquida que contiene pectina disuelta. La mezcla es machacada, neutralizada y finalmente
50 secada para formar una materia seca pecto-celulósica. La mezcla machacada puede ser también separada en forma de una fase sólida y una líquida, que son individualmente neutralizadas y secadas para proporcionar un producto de pectina y un producto pecto-celulósico.

Es conocido también en la técnica anterior el modo de desesterificar pectina o un material que contiene pectina con amoníaco acuoso en un disolvente orgánico, por ejemplo, isopropanol, en que la pectina no es soluble. Esta técnica

se describe, por ejemplo, en el documento US 2.480,710.

Los documentos DE-4.013.765 y DE-4.042.405 describen la preparación de amidopectina y fibras y materiales de carga dietéticos en el tratamiento de residuos vegetales secos, por ejemplo, pulpa de remolacha azucarera, con amoníaco gaseoso y una posterior extracción con agua o hidróxido de sodio altamente diluido. Al añadir un ácido al extracto concentrado, el resultado es la amidopectina y el residuo insoluble a continuación de la extracción da lugar a fibras dietéticas y materiales de carga.

Se ha encontrado ahora que, sin disolver pectina y sin usar disolventes orgánicos, es posible llevar a cabo la desesterificación de pectina en un sistema completamente acuosa en el tratamiento de un material vegetal que contiene pectina, que ha sido hinchado en una solución acuosa que contiene sales neutras antes del tratamiento de desesterificación.

Por tanto, es una finalidad de la presente invención proporcionar un método nuevo y sencillo para tratar vegetales que contienen pectina bajo condiciones de desesterificación, consiguiendo así productos de pectina que contienen fibras así como productos de pectina aislados de elevado valor comercial y elevado uso práctico.

Compendio de la invención

La presente invención se define en las reivindicaciones anejas. Consecuentemente, un aspecto de la presente invención proporciona un método para preparar un producto de pectina que contiene fibras a partir de un material vegetal. Dicho método comprende las etapas de:

(i) proporcionar un sistema de reacción *in situ* hinchando el material vegetal en una solución acuosa, en que dicha solución acuosa comprende al menos una sal,

(ii) someter la pectina presente en el material vegetal hinchado de la etapa (i) a un tratamiento de desesterificación, y

(iii) separar el producto de pectina que contiene fibras desesterificadas,

en que el tratamiento de desesterificación en la etapa (ii) es un tratamiento alcalino que tiene un valor del pH por encima de 10,0.

Todavía en un aspecto de la presente invención, se proporciona un método para preparar un producto de pectina, comprendiendo dicho método las etapas de:

(i) proporcionar un producto de pectina que contiene fibras, como se describió anteriormente,

(ii) añadir un medio de extracción al producto de pectina que contiene fibras, proporcionando una suspensión de extracción,

(iii) ajustar el pH de la suspensión de extracción a un pH en el intervalo de 1-12,

(iv) ajustar la temperatura de la suspensión de extracción a una temperatura en el intervalo de 20-100°C, y

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

También se describe un producto de pectina que contiene fibras y/o un producto de pectina que se puede obtener mediante los métodos anteriormente descritos.

También se describe un producto que comprende pectina que cumple al menos uno de los siguientes requisitos:

(i) el producto tiene una viscosidad de al menos 5 cp cuando está mezclado en una concentración como máximo de 1% (p/p) de pectina en una solución y medida mediante el método A, o

(ii) el producto tiene una viscosidad que es al menos 2 veces mayor que la viscosidad de los productos de pectina usados convencionales cuando se mezclan en una concentración como máximo de 1% (p/p) de pectina en una solución y medida mediante el método A.

Descripción detallada de la invención

El objetivo principal de la presente invención es proporcionar un método para tratar materiales vegetales que contienen pectina de manera que se obtengan productos de pectina que contienen fibras y posteriormente productos de pectina que tienen un peso molecular elevado del polímero que pectina y una distribución más homogénea de los sitios desesterificados en el polímero de pectina, proporcionando así productos que tienen propiedades mejoradas de formación de gel y/o viscosas.

En el presente contexto, la expresión "peso molecular elevado del polímero de pectina" se refiere al tamaño del polímero de pectina, que indica el número de unidades de ácido D-galacturónico en el polímero de pectina, que es mayor que el tamaño del polímero de pectina obtenido mediante métodos convencionales usados porque en los

métodos convencionales usados los tratamientos con soluciones ácidas y alcalinas descomponen el polímero de pectina disuelto en cadenas más pequeñas, mientras que el tratamiento proporcionado por la presente invención mantienen el polímero de pectina sustancialmente intacto.

5 En el presente contexto, la expresión “distribución homogénea de los sitios desesterificados” se refiere a una distribución uniforme de los grupos éster en el polímero de pectina que ha sido desesterificado y, por tanto, es capaz de unirse a otros polímeros de pectina a través de iones metálicos de una manera constante y uniforme. Por el contrario, la distribución de los sitios desesterificados en polímeros de pectina convencionales están ubicados lo más a menudo en agrupaciones que provocan que los polímeros de pectina sean muy reactivos con iones metálicos y la reacción de la pectina se hace muy difícil de controlar.

10 Este peso molecular elevado del polímero de pectina y una distribución más homogénea de los sitios de desesterificación se pueden obtener mediante los métodos según la presente invención, por ejemplo, se proporciona un método para proporcionar un producto de pectina que contiene fibras a partir de un material vegetal, comprendiendo dicho método las etapas de: (i) proporcionar un sistema de reacción *in situ* hinchando el material vegetal en una solución acuosa, en que dicha solución acuosa comprende al menos una sal, (ii) someter la pectina presente en el material vegetal hinchado de la etapa (i) a un tratamiento de desesterificación y (iii) separar el producto de pectina desesterificado que contiene fibras.

Los materiales vegetales

20 En el contexto de la presente invención, las expresiones “material vegetal”, “material vegetal que contiene pectina” y “material de partida vegetal que contiene pectina” se usan de forma intercambiable y se refieren a cualquier tipo de material vegetal que comprende pectina que podría/puede ser usado para prepara productos de pectina que contiene fibras o productos de pectina.

Los materiales adecuados son materiales que contienen pectina obtenidos a partir de materiales vegetales nativos en estado fresco o seco, que contienen pectina con un grado de esterificación de más de 30%, preferentemente más de 40%, más preferentemente más de 50% y, normalmente, de 60% a 70%.

25 En una realización preferida de la presente invención, los materiales vegetales nativos adecuados que contienen pectina incluyen cortezas o pulpa de frutos cítricos como limón, naranja, mandarina, lima y uva. Otros materiales vegetales nativos adecuados que contienen pectina incluyen rodajas de remolacha azucarera, pulpa de patata y residuos de hollejo de manzanas.

30 El contenido de pectina en estos materiales vegetales que contienen pectina difiere para los materiales vegetales individuales, sobre una base de materia seca, por ejemplo, de aproximadamente 30% a 40% en peso de pectina y cortezas de cítricos y de aproximadamente 15% a 30% en peso de pectina en pasta de patata.

Hinchamiento

35 La pectina puede ser esencialmente insoluble o tan solo escasamente soluble en la solución acuosa ya que el método de la invención puede estar basado preferentemente en una desesterificación alcalina de pectina que se produce en el lugar natural de la pectina en el material vegetal, es decir, *in situ*.

40 En una realización preferida de la presente invención, el material vegetal es hinchado en una solución acuosa que proporciona un sistema de reacción *in situ*. En el presente contexto, la expresión “sistema de reacción *in situ*” se refiere a un estado en el que el material vegetal actúa como la cámara de reacción al ser hinchado y se hace permeable y, por tanto, permite el paso del reactivo, por ejemplo, alcalino, al material vegetal y el paso de sustancias disueltas fuera del material vegetal sin disolver el polímero de pectina. Además, el “sistema de reacción *in situ*” hace posible someter el polímero de pectina en el material vegetal a un tratamiento de desesterificación y/o tratamiento de amidación en la estructura del material vegetal.

45 Durante el tratamiento con, por ejemplo, el reactivo alcalino, la protopectina en el material vegetal es transformada en pectinas solubles en agua bajo condiciones tales que las pectinas solubles en agua formadas permanecen en un estado no disuelto y agregado con los constituyentes de las células vegetales insolubles, como celulosa y hemicelulosa, y bajo el cual se separa al menos una parte de las sustancias que no contienen pectina como, por ejemplo, proteínas, azúcares y colorantes.

50 La pectina, disuelta durante el tratamiento con la solución acuosa y/o el reactivo alcalino, tenderá a perderse de la mezcla de reacción, dando lugar así a una pérdida de pectina. Un inconveniente adicional de la pectina disuelta es la viscosidad aumentada de la mezcla de reacción, que hace que sea altamente difícil la separación del material vegetal tratado.

55 La solución acuosa es para permitir que el material vegetal permanezca en un estado en el que esté de forma esencial estructuralmente intacto. Esto se debe a que, por ejemplo, la desesterificación alcalina depende del material vegetal que está siendo hinchado y que es permeable, permitiendo así el paso, por ejemplo, del reactivo alcalino hacia el material vegetal y el paso de sustancias disueltas fuera del material vegetal. Como el retículo de celulosa-

hemicelulosa-pectina puede servir como un “recipiente” en el que se produce la reacción, la estructura de este retículo se va a mantener intacta y no se debe disgregar ya que esto daría lugar a la formación de una pasta que sería difícil de manejar.

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

Las condiciones anteriores pueden ser proporcionadas, según la presente invención, por el material de partida vegetal que contiene pectina en suspensión e hinchado en una solución acuosa, solución salina. En el contexto de la presente invención, la expresión “solución salina” se refiere a una solución que comprende al menos una sal.

10 La solución acuosa, en la que el material de partida vegetal que contiene pectina es hinchado, puede contener al menos una sal añadida soluble en agua y neutra seleccionada entre los grupos que consisten en sales de sodio, sales de potasio y sales de calcio, y sus mezclas. Son particularmente preferidos los cloruros, como cloruro de sodio, cloruro de potasio y cloruro de calcio, y sus mezclas. Sin embargo pueden ser usados también nitratos, como nitrato de sodio, nitrato de potasio y nitrato de calcio. Otras sales aplicables en la presente invención se pueden encontrar en el documento EP 0 664 300, que se incorpora como referencia a la presente memoria descriptiva.

15 La cantidad de sal añadida a la solución, en la que está puesto en suspensión e hinchado el material de partida vegetal que contiene pectina, se puede seleccionar de forma que corresponda a una concentración de sal de 1 mmol a 30 mmol por gramo de materia seca de material vegetal que contiene pectina, preferentemente de 5 mmol a 15 mmol por gramo de materia seca de material vegetal que contiene pectina.

20 En una realización preferida de la presente invención, el hinchamiento del material vegetal proporciona una suspensión en la que el contenido de materia seca de material vegetal varía en el intervalo de 1%-50% en peso, como de 1-30% en peso, por ejemplo, de 1%-25% en peso, como de 1%-15% en peso, por ejemplo, de 1%-15% en peso, por ejemplo, 1%-10% en peso, normalmente de 4% a 8% en peso, como 6% en peso.

25 La suspensión del material de partida vegetal que contiene pectina en la solución salina acuosa se produce mientras se agita a una temperatura que varía en el intervalo de aproximadamente 0°C a aproximadamente 120°C, preferentemente que varía de 0°C a 50°C, por ejemplo, de 0-20°C, como de 0-10°C, por ejemplo, de 0-5°C, como de aproximadamente 3,5°C. Las temperaturas en el intervalo de 0-20 son a menudo preferidas porque de lo contrario hay un riesgo de que el material se hinche demasiado rápidamente y comience a disolverse y, en algunos casos, la temperatura puede ser tan baja como en el intervalo de -10°C a 20°C.

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

35 El tiempo necesario para obtener un hinchamiento suficiente y la saturación de sales depende, entre otras cosas, de las dimensiones físicas del material de partida vegetal que contiene pectina, que puede estar en la forma de partículas que tienen un tamaño medio de partículas que varía en el intervalo de 1 mm o menos hasta partes con una dimensión máxima de aproximadamente 5 mm.

40 Desesterificación

En la primera etapa de tratamiento, el material de partida vegetal que contiene pectina se pone en un estado parcialmente hidratado e hinchado, que es una condición previa para el transcurso apropiado de la posterior etapa de tratamiento que comprende, según la invención, que el material de partida vegetal que contiene pectina hinchado pueda ser tratado con un reactivo ácido o alcalino con el fin de desesterificar o desesterificar parcialmente el polímero de pectina. Preferentemente, el material vegetal que contiene pectina es tratado con un reactivo alcalino que tiene un pH que varía en el intervalo de 7-14, como de 8-14, por ejemplo, de 8-13, como de 9-13, por ejemplo, de 10-13, como de 10-12, por ejemplo, de 11,5-12,5. En otra realización de la presente invención, el estado alcalino proporcionado mediante la adición de un reactivo alcalino proporciona un pH por encima de 7, como por encima de 8, por ejemplo, por encima de 9, como por encima de 10, por ejemplo, por encima de 11, como por encima de 12, por ejemplo, por encima de 13, como 14.

En el presente contexto, el término “desesterificación” se refiere a un procedimiento de separar al menos un grupo éster del polímero de pectina.

55 En una realización de la presente invención, el tratamiento de desesterificación se realiza a una temperatura que varía en el intervalo de aproximadamente 0° a 120°C, preferentemente que varía en el intervalo de 0°C a 50°C, por ejemplo, de 0-20°C, como de 0-10°C, por ejemplo, de 0-5°C, como de aproximadamente 3,5°C. En algunos casos, la temperatura puede ser incluso tan baja como en el intervalo de -10°C a 20°C.

En una realización de la presente invención, el tratamiento de desesterificación se realiza durante 1 minuto a 120 minutos, como de 1-100 minutos, como de 1-80 minutos, por ejemplo, de 1-70 minutos, como de 10-70 minutos, por ejemplo, de 10-60 minutos, como de 15-40 minutos, por ejemplo, de 20-120 minutos, como de 20-30 minutos.

- 5 En una realización de la presente invención, el tratamiento de desesterificación se realiza con un contenido de materia seca del material vegetal en un intervalo de 1 a 50%, como de 1% a 30% en peso, por ejemplo, de 1% a 25% en peso, como de 1-15% en peso, por ejemplo de 1% a 10% en peso, normalmente de 4% a 8% en peso, como de 6% en peso.

Todavía en una realización de la presente invención, el tratamiento de desesterificación es un tratamiento alcalino.

- 10 En otra realización del método de la presente invención, el tratamiento alcalino es proporcionado por un reactivo alcalino, con el que es tratado el material de partida vegetal puesto en suspensión e hinchado.

- 15 En una realización adicional de la presente invención el reactivo alcalino, con el que es tratado el material de partida vegetal puesto en suspensión e hinchado, se selecciona entre el grupo que consiste en amoníaco u otras aminas de bajo peso molecular, diaminas o aminoácidos, hidróxidos de sodio, potasio y calcio, como hidróxido de calcio, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxidos de bases orgánicas, como hidróxido de tetrametilamonio y sus mezclas. El reactivo alcalino puede ser usado en cantidades de 0,5 mmol a 5 mmol de base por gramo de materia seca vegetal que contiene pectina.

Todavía en una realización de la presente invención, el aminoácido se selecciona entre el grupo que consiste en lisina, histidina, arginina, glutamina, asparagina y triptófano.

- 20 El reactivo alcalino puede ser usado en una forma sólida o como una solución acuosa y puede ser añadido con agitación energética para asegurar una rápida distribución de la suspensión con el material de partida vegetal hinchado.

Los reactivos alcalinos preferidos son amoníaco, hidróxido de calcio e hidróxido de sodio. El más preferido es amoníaco, pero el hidróxido de calcio puede ser también preferido debido a su solubilidad en agua, que asegura una liberación lenta de iones hidróxido.

- 25 Lo más apropiadamente, el reactivo alcalino puede ser añadido gradualmente a la suspensión con el material de partida vegetal hinchado de manera que el pH durante el procedimiento completo de reacción se pueda mantener a un pH aproximadamente constante que varía en el intervalo de 11,5 a 12,5, por ejemplo, $12,0 \pm 0,1$. La cantidad de reactivo alcalino añadido es tal que un tratamiento puede variar en el intervalo de 20 mmol a 80 mmol, como de 25 mmol a 50 mmol de base por kg de mezcla de reacción.

- 30 En una realización preferida según la presente invención, se usa amoníaco acuoso como reactivo alcalino en una cantidad de 20 mmol a 80 mmol de amoníaco por gramo de materia seca vegetal que contiene pectina, por ejemplo, 40-80 mmol de amoníaco por gramo de materia seca vegetal que contiene pectina.

Preferentemente, se usa amoníaco en la forma de amoníaco acuoso concentrado, por ejemplo, en forma de una solución al 25%, pero se puede usar también amoníaco acuoso de concentración inferior.

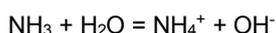
- 35 Lo más apropiadamente, el amoníaco acuoso puede ser añadido a la suspensión con el material de partida vegetal hinchado de una vez con agitación simultánea de la suspensión. La cantidad añadida de amoníaco usado en el tratamiento puede variar en el intervalo de 1 mol a 3,5 mol, como de 1,4 a 2,7 mol de amoníaco por kg de mezcla de reacción, asegurándose de que se mantiene un pH aproximadamente constante durante todo el procedimiento de reacción.

- 40 En una realización de la presente invención, el tratamiento con amoníaco se puede llevar a cabo a una temperatura que varía en el intervalo de 0° a 120°C, preferentemente que varía en el intervalo de 0°C a 50%, por ejemplo de 0-20°C, como de 0-10°, por ejemplo, de 0-5°C, como de aproximadamente 3,5°C.

- 45 En otra realización, el tratamiento con amoníaco se puede llevar a cabo durante 1 a 120 minutos, como de 1-100 minutos, como de 1-80 minutos, por ejemplo, de 1-70 minutos, como de 10-70 minutos, por ejemplo, de 10-60 minutos, como de 15-40 minutos, por ejemplo, de 20-30 minutos, preferentemente de aproximadamente 40 minutos a aproximadamente 60 minutos.

En una realización de la presente invención, el material vegetal que contiene pectina es tratado con amoníaco proporcionando un pH que varía en el intervalo de 7-14, como de 8-14, por ejemplo, de 8-13, como de 9-13, por ejemplo, de 10-13, como de 10-12, por ejemplo, de 11,5-12,5.

- 50 Durante la desesterificación, por ejemplo, con amoníaco en la mezcla de reacción acuosa, en la que está presente el equilibrio:



5 hay una competición entre los dos nucleófilos (NH_3 y OH^-) razón por la cual la desesterificación con OH^- , es decir, la sustitución de OCH_3 en los grupos carboxilo esterificados con metilo en pectina con OH formando COOH puede estar acompañada de amidación, en la cual el OCH_3 está sustituido con NH_2 formando grupos carboxamido que, bajo las condiciones de desesterificación, puede dar lugar a que al menos a un 20% y no más de 70%, normalmente de 25% a 50% del los grupos carboxilo esterificados con metilo en pectina se transformen en grupos carboxamido.

En la realización anterior de la presente invención se pueden obtener productos de pectina que contienen fibras con un grado de esterificación de al menos 3% y no más de 40%, como no más de 35%, y con un grado de amidación de al menos 5%, como al menos 10% y no más de 30%.

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

15 En una realización de la presente invención, el tratamiento con hidróxidos de sodio, potasio o calcio, y sus mezclas, se lleva a cabo a una temperatura que varía en el intervalo de aproximadamente 0°C a aproximadamente 20°C , preferentemente de aproximadamente 0°C a aproximadamente 5°C , como de 2°C a 3°C , durante un período de 20 minutos a 75 minutos, normalmente de 20 minutos a 45 minutos. Esta realización consigue productos de pectina que contienen fibras con un grado de esterificación de 2% a 40%.

Todavía, en una realización preferida de la presente invención, se refiere a un método para tratar una planta que contiene pectina para obtener productos de pectina que contienen fibras y que tienen propiedades que proporcionan de formación de gel y viscosas, que comprende las etapas de

20 (a) poner en suspensión un material de partida vegetal que contiene pectina e hinchar dicho material durante 10 a 70 minutos y a una temperatura que varía en el intervalo de aproximadamente 0°C a 20°C en una solución salina acuosa, que contiene al menos una sal añadida soluble en agua y neutra que consiste en sales de sodio, sales de potasio y sales de calcio, y sus mezclas, en una cantidad correspondiente a una concentración de sal de 1 mmol a 30 mmol por gramo de material seca vegetal que contiene pectina, para formar una suspensión en la que el contenido de materia seca vegetal que contiene pectina varía en el intervalo de 1% a 10% en peso,

25 (b) tratar el material de partida vegetal en suspensión e hinchado con un reactivo alcalino a un pH que varía en el intervalo de 11,5 a 12,5 y a una temperatura que varía en el intervalo de aproximadamente 0°C a 20°C durante 5 minutos a 120 minutos, y

30 (c) separar la material vegetal tratada de la mezcla de reacción y someter dicho material a al menos una etapa de lavado y seguidamente comprimir dicho material para obtener un producto de pectina que contiene fibras, que tiene un contenido de materia seca de al menos 16% en peso, un grado de esterificación de 2% a 40% y un grado de amidación de no más de 30%, y que se seca hasta un contenido de materia seca de al menos 80% en peso, si se desea, y opcionalmente desmenuzado.

Amidación

35 En una realización de la presente invención, el material vegetal puede ser adicionalmente sometido a un tratamiento de amidación sometiendo el material vegetal hinchado a un reactivo de amidación.

En el presente contexto, el término "amidación" se refiere a un procedimiento de conectar al menos un compuesto que contiene amina al polímero de pectina.

40 En una realización de la presente invención, el reactivo de amidación se selecciona entre el grupo que consiste en amoníaco u otras aminas, diaminas o aminoácidos de bajo peso molecular, como lisina, histidina, arginina, glutamina, asparagina y triptófano.

45 Preferentemente, el material vegetal hinchado puede ser tratado con el reactivo de amidación durante 1 a 120 minutos, como de 1-100 minutos, como de 1-80 minutos, por ejemplo, de 1-70 minutos, como de 10-70 minutos, por ejemplo, de 10-60 minutos, como de 15-40 minutos, por ejemplo, de 20-30 minutos, preferentemente de aproximadamente 40 minutos a aproximadamente 60 minutos.

En una realización de la presente invención el material vegetal hinchado puede ser tratado con el reactivo de amidación a una temperatura en el intervalo de -10°C a 120°C , por ejemplo, en el intervalo de -5°C a 120°C , como en el intervalo de 0°C a 120°C , preferentemente en el intervalo de 0°C a 50°C , por ejemplo, de $0-20^\circ\text{C}$, como de $0-10^\circ\text{C}$, por ejemplo, de $0-5^\circ\text{C}$.

50 En una realización preferida de la presente invención, las etapas de desesterificación y aminación del polímero de pectina se realizan de forma simultánea o secuencia. Un ejemplo adecuado de desesterificación simultánea y amidación podría ser el uso de amoníaco para las dos reacciones.

Separación, lavado y compresión

5 El material vegetal tratado (después de ser sometido a desesterificación y opcionalmente amidación) puede ser separado, por ejemplo, de la mezcla de reacción alcalina o sometido a al menos una etapa de lavado y/o al menos una de compresión para obtener un producto de pectina que contiene fibras. En una realización de la presente invención, este producto vegetal que contiene fibras comprende un contenido de materia seca de al menos 5% en peso, por ejemplo, al menos 10% en peso, como al menos 16% en peso, por ejemplo al menos 20% en peso, como al menos 25% en peso, por ejemplo, al menos 50% en peso.

10 En una realización adicional de la presente invención, este producto de pectina que contiene fibras separado, lavado y/o secado comprende un grado de esterificación de 0-80%, como de 0-50%, por ejemplo, de 2-50%, como de 2-45%, por ejemplo, de 2-40%, como de 5-50%, por ejemplo, de 10-50%, como de 10-40%, por ejemplo, de 15-35% y/o un grado de amidación de no más de 95%, por ejemplo, no más de 75%, como no más de 60%, no más de 50%, como no más de 40%, por ejemplo, no más de 30%, como no más de 25%, por ejemplo, no más de 20%.

15 Todavía en una realización de la presente invención, el producto de pectina que contiene fibras obtenido puede ser secado hasta un contenido de materia seca de al menos 40% en peso, como al menos 50% en peso, por ejemplo, al menos 60% en peso, como al menos 70% en peso, por ejemplo, al menos 80% en peso, como al menos 90% en peso o puede ser opcionalmente desmenuzado.

La separación del material vegetal tratado de la mezcla de reacción se puede llevar a cabo mediante cualquier método apropiado, como escurrido, filtración o centrifugación.

20 El material vegetal separado tratado con un reactivo alcalino puede ser lavado al menos una vez poniendo en suspensión, mientras se agita, el material en un ácido mineral acuoso, como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico o ácido nítrico, de forma que el pH en la suspensión sea de 1-6, particularmente de 1-4, más particularmente de 1-2, lo más particularmente por debajo de 1,5, como de 1,3 a 1,5. Posteriormente, el material vegetal lavado es separado y seguidamente puede ser lavado al menos una vez con agua volviéndolo a poner en suspensión con la misma, por ejemplo, en agua desmineralizada. El tratamiento de lavado del producto se puede llevar a cabo a una temperatura, por ejemplo, de aproximadamente 15°C y puede ser repetido con un ácido acuoso h agua, respectivamente, hasta 25 que la suspensión de lavado tenga un pH estable en el intervalo, por ejemplo de 2 a 2,5, tras lo cual el material sólido puede ser separado de la solución de lavado y comprimido en el filtro para reducir el contenido de líquido en el material hasta un mínimo.

30 Mediante este lavado con ácido diluido, la desesterificación de pectina es detenida mediante la neutralización del reactivo alcalino y las sales y las impurezas solubles en agua son extraídos pro lavado de forma que la pectina en el producto que contiene fibras se hace volver a una forma ácida.

35 En lugar de separar inmediatamente el material vegetal tratado separando por escurrido la fase líquida alcalina, la mezcla de reacción con el material vegetal tratado puede ser inicialmente mezclada con un ácido mineral diluido hasta un pH en el intervalo de 1-6, particularmente de 1-4, más particularmente de 1-2, lo más particularmente por debajo de 1,5, como de 1,3 a 1,5. Por tanto, se consigue una neutralización inmediata del reactivo alcalino, tras lo cual el material vegetal tratado se separado escurriendo la fase líquida. El material sólido puede ser seguidamente lavado mediante suspensión en un ácido diluido y agua, por ejemplo, agua desmineralizada, respectivamente, como se expuso con anterioridad, hasta que la suspensión de lavado tenga un pH estable en el intervalo de 2 a 2,5.

40 En un estado húmedo, el producto de pectina que contiene fibras separado y lavado puede ser opcionalmente amasado con sales de bicarbonato, como bicarbonato de sodio o potasio, llevando los grupos carboxilo libres en la pectina esencialmente a una forma de sal y evaporando dióxido de carbono en forma de gas, tras lo cual el producto se seca y se desmenuza.

45 El secado del producto de pectina que contiene fibras lavado se puede llevar a cabo por medio de una instalación convencional de secado, como una estufa de secado, secador de cintas, secador de tambor o secador de lecho fluidizado durante un período de tiempo suficientemente largo para conseguir un contenido de material seca de al menos 80% en peso, preferentemente al menos 90% en peso. El secado se puede llevar a cabo a una temperatura en el intervalo de 25°C a aproximadamente 100°C durante no más de 36 horas. Ventajosamente, el secado se puede llevar a cabo a presiones por debajo de la presión atmosférica y, por tanto, se puede usar una temperatura de secado relativamente inferior o un período de secado relativamente más corto, lo que supone un tratamiento más 50 cuidado del producto.

El desmenuzamiento del producto seco se puede llevar a cabo también mediante trituración en una instalación convencional, y se puede conseguir así un producto desmenuzado que tiene un tamaño de partículas de menos de 1 mm, como de menos de 0,5 mm, por ejemplo, menos de 0,2 mm.

Aislamiento de productos de pectina

55 Según la presente invención se puede proporcionar un producto de pectina según el siguiente método:

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

Los productos de pectina que contienen fibras que se pueden obtener tratando el material de partida vegetal que contiene pectina como se describe con anterioridad son también materiales de partida muy adecuados para la producción de productos de pectina purificados que tienen concentraciones sorprendentemente elevadas de gel, proporcionando propiedades viscosas que superan las de la pectina. Esto se obtiene habitualmente desesterificando pectina con elevado contenido de éster extraída y purificada con ácido que tiene un grado de esterificación desde aproximadamente 65% hasta aproximadamente 50% o menos con ácido nítrico a una temperatura por encima de 50°C.

En este método habitual para preparar pectinas con bajo contenido de éster, el tratamiento adicional para productos amidados se lleva a cabo a menudo proporcionado el producto desesterificado precipitado en alcohol y habiendo sido sometido así en primer lugar a la acción ácida enérgica anteriormente mencionada, una reacción final con amoníaco. El polímero de pectina ha sido tratado por tanto con ácido dos veces durante varias horas a temperaturas por encima de 50°C, lo cual reduce considerablemente el peso molecular del polímero, justo antes de que la reacción con amoníaco haya contribuido también adversamente, en una combinación que proporciona propiedades de gelificación y viscosas considerablemente reducidas.

Si los productos de pectina que contienen fibras que se pueden obtener mediante el método de la presente invención son sometidos así a un tratamiento que implica purificación, se pueden obtener productos de pectina con propiedades que proporcionan gelificación y viscosidad, que superan generalmente las de los correspondientes productos fabricados de forma habitual, como se mencionó con anterioridad.

Consecuentemente, la presente invención se refiere adicionalmente a un método para preparar un producto de pectina purificado que incluye las etapas consistentes en un producto de pectina que contiene fibras obtenido tratando un material vegetal que contiene pectina como se describe con anterioridad. En una realización de la presente invención, se extrae el producto de pectina que contiene fibras que tiene un contenido de materia seca de al menos 16% en peso, un grado de esterificación de 2% a 40% y un grado de amidación de no más de 30%.

Preferentemente, el medio de extracción tiene un pH en el intervalo de 1-12, por ejemplo, en el intervalo de 1-11, como en el intervalo de 1-10, por ejemplo, en el intervalo de 1-9, como en el intervalo de 1-7, por ejemplo, en el intervalo de 1-6, como en el intervalo de 2-6, por ejemplo, en el intervalo de 2-5, como en el intervalo de 3-5, por ejemplo, en el intervalo de 4-5, como 4,5.

En una realización de la presente invención, el medio de extracción puede estar en el intervalo de 20-120°C, por ejemplo, en el intervalo de 40-100 °C, como en el intervalo de 60-80°C, y se recupera un producto de pectina purificado a partir del extracto acuoso separado.

El producto de pectina que contiene fibras puede ser extraído durante un período de tiempo de 30 minutos a 30 horas, como de 1 a 20 horas, preferentemente de 1 a 10 horas, como de 1 a 5 horas.

La acidez de la suspensión puede ser ajustada hasta el pH deseado añadiendo, por ejemplo, un ácido fuerte, como ácido sulfúrico, o una base, como hidróxido de sodio o hidróxido de amonio.

La extracción se puede llevar a cabo también ajustando el pH de la mezcla de extracción después del calentamiento de la mezcla hasta la temperatura de extracción deseada.

La cantidad de producto de pectina que contiene fibras y medio de extracción durante la extracción llevada a cabo mientras se agita la suspensión con el producto de pectina que contiene fibras, se puede seleccionar de forma que la suspensión tenga un contenido de materia seca que varíe en el intervalo de 1% en peso a 5% en peso, preferentemente que varíe en el intervalo de 2% en peso a 4% en peso. Usando las cantidades de medio de extracción mencionadas se proporciona una suspensión fácil de agitar y se consigue un extracto que no es demasiado viscoso.

Después de un tiempo de extracción apropiado, la mezcla de extracción, que comprende el producto de pectina que contiene fibras y el medio de extracción, puede ser enfriada y el extraído puede ser separado del residuo de extracción insoluble, por ejemplo, mediante filtración o escurrido. El residuo de extracción que contiene todavía una gran cantidad de extracto se lava opcionalmente con agua sobre el filtro, o el residuo de extracción puede ser empapado en agua y nuevamente filtrado para separar tanto extracto como sea posible. Después de separar el

Líquido de lavado del residuo de extracción, el líquido de lavado puede ser combinado con el extracto.

5 Se puede recuperar un producto de pectina purificado a partir del extracto mediante métodos conocidos. Por ejemplo, el producto puede ser precipitado a partir del extracto, que ha sido opcionalmente concentrado, por ejemplo, mediante evaporación bajo presión reducida, añadiendo el extracto a un disolvente orgánico miscible con agua. El disolvente orgánico puede ser cualquier disolvente orgánico miscible con agua en el que el producto de pectina sea esencialmente insoluble. El disolvente orgánico puede ser, por ejemplo, un alcohol monovalente, como metanol, etanol o isopropanol. Se pueden usar también mezclas de dos o más de estos disolventes.

10 Otros métodos adecuados para aislar el producto de pectina pueden ser al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en precipitación, extracción, centrifugación, filtración, cromatografía, secado y cualquier combinación de las técnicas anteriormente mencionadas.

Cuando se precipita el producto, se puede añadir al extracto concentrado un ácido fuerte o una combinación de ácidos fuertes e iones metálicos como calcio. Los ácidos que pueden ser usados son ácidos inorgánicos como, por ejemplo, ácidos clorhídrico, nítrico, sulfúrico o fosforoso, y sus mezclas.

15 El producto de pectina precipitado se separa del líquido, por ejemplo, mediante filtración y compresión, o una cualquiera de las técnicas de aislamiento anteriormente mencionadas, y se lava sobre el filtro para separar sales solubles e impurezas, tras lo cual el producto de pectina purificado se seca y opcionalmente se desmenuza.

20 En un estado húmedo, el producto de pectina precipitado puede ser opcionalmente amasado junto con una sal ligeramente alcalina, como una sal de bicarbonato, por ejemplo, bicarbonato de sodio o potasio, llevando los grupos carboxilo libres en la pectina a una forma esencialmente de sal y evaporando dióxido de carbono en forma de gas, tras lo cual el producto de pectina se seca y se desmenuza.

Los productos

25 Los productos de pectina que contienen fibras que se pueden obtener mediante el método de la presente invención consisten esencialmente en fibras solubles e insolubles que comprenden celulosa, hemicelulosa y lignina, además de la pectina. Las fibras denominadas dietéticas, es decir, celulosa, hemicelulosa, pectina y lignina, ascienden a aproximadamente 60-80% en peso.

En el tratamiento según la invención del material de partida vegetal que contiene pectina, el polímero de pectina ha sido liberado, pero no disuelto, del retículo de celulosa-hemicelulosa y al menos parcialmente desesterificado se ha hecho así funcionalmente accesible para proporcionar un producto de pectina que contiene fibras.

30 Contrariamente al material de partida vegetal que contiene pectina, el producto de pectina que contiene fibras obtenido tiene propiedades gelificantes y de viscosidad en presencia de diferentes tipos de metales iónicos, por ejemplo, iones de calcio. Con los iones de calcio en soluciones acuosas, el producto de pectina que contienen fibras que se puede obtener mediante el método de la invención puede formar soluciones geles estables con fuerzas de geles sorprendentemente elevadas o soluciones viscosas con elevadas viscosidades.

35 Las propiedades que proporcionan gelificación y viscosidad de los productos de pectina que contienen fibras hace que los productos que se pueden obtener mediante el método de la presente invención sean muy útiles en la fabricación de alimentos bajos en grasas que contienen fibras, de forma que es posible el uso de productos de pectina como un producto de fibras general en varios contextos, como un ingrediente gelificante y de unión a agua en alimentos industrialmente procesados, productos alimenticios y alimentos para animales, y un agente inhibidor de la diarrea o un agente para mejorar la salud para animales y seres humanos.

40 Por tanto, la presente invención se refiere a diferentes tipos de productos, a saber, un producto de pectina que contiene fibras que puede ser obtenido mediante el método anteriormente descrito, un producto de pectina que puede ser obtenido mediante el método de aislamiento anteriormente descrito y un producto tal que comprende pectina, tienen todos ellos las mismas características especiales, como viscosidad, grado de desesterificación o grado de amidación.

45 En una realización de la presente invención se proporciona un producto de pectina que contiene fibras, teniendo dicho producto un grado de esterificación de 2% a 40%, un grado de amidación de no más de 30% y un contenido de materia seca de al menos 16% en peso, y es capaz de formar un gel estable o una solución viscosa con iones de calcio en una solución acuosa que contiene de 25 a 65% en peso, como de 25 a 50% en peso de sacarosa como, por ejemplo, 30% en peso de sacarosa, estando el pH de la solución en el intervalo de 1-7, como aproximadamente 3.

50 En una realización preferida de la presente invención el producto de pectina que contiene fibras, el producto de pectina aislado y/o el producto comprende pectina en que el polímero de pectina tiene un grado de esterificación de 0-80, como de 0-50, por ejemplo, de 2-50, como de 2-45, por ejemplo, de 2-40, como de 5-50, por ejemplo de 10-50, como de 10-40, por ejemplo, de 15-35.

En todavía una realización preferida de la presente invención, el producto de pectina que contiene fibras, el producto

de pectina aislado y/o el producto contiene pectina en que el polímero de pectina tiene un grado de amidación de no más de 95%, por ejemplo, no más de 75%, como no más de 60%, no más de 50%, como no más de 40%, por ejemplo, no más de 30%, como no más de 25%, por ejemplo, no más de 20%.

5 En una realización adicional de la presente invención, el producto de pectina que contiene fibras, el producto de pectina aislado y/o el producto que comprende pectina tiene un contenido de materia seca de al menos 1% (p/p) de materia seca, como al menos 5% (p/p) de materia seca, por ejemplo, al menos 10% (p/p) de materia seca, como al menos 15% (p/p) de materia seca, por ejemplo, al menos 25% (p/p) de materia seca, como al menos 50% (p/p) de materia seca, por ejemplo, al menos 75% (p/p) de materia seca, como al menos 85% (p/p) de materia seca, por ejemplo, al menos 95% (p/p) de materia seca.

10 En el presente contexto, la expresión “producto de pectina que contiene fibras” se refiere a productos que comprenden pectina y fibras. En una realización preferida de la presente invención, el contenido de fibras presente en el producto de pectina que contiene fibras es al menos 1% (p/p) de la materia seca, como al menos 5% (p/p) de la materia seca, por ejemplo, al menos 10% (p/p) de la materia seca, como al menos 15% (p/p) de la materia seca, por ejemplo, al menos 25% (p/p) de la materia seca, como al menos 50% (p/p) de la materia seca, por ejemplo, al menos 75% (p/p) de la materia seca, como al menos 85% (p/p) de la materia seca, por ejemplo, al menos 95% (p/p) de la materia seca.

En el presente contexto, la expresión “producto de pectina” se refiere a productos obtenidos mediante el método de aislamiento descrito en la presente memoria descriptiva. En una realización de la presente invención, el producto de pectina comprende nada sustancialmente nada de fibras.

20 En el presente contexto, la expresión “producto que comprende pectina” se refiere a composiciones, soluciones u otro tipo de mezclas en las que el polímero de pectina constituye de 1-100% del producto en peso, como de 1-50%, por ejemplo, 1-25%, como 1-10%, por ejemplo, 10-100%, como 25-75%, por ejemplo, 50-75%.

En una realización de la presente invención, el producto de pectina que contiene fibras, el producto de pectina aislado y/o el producto que comprende pectina, tienen un grado de esterificación de 0-80, como de 0-50, por ejemplo, de 2-50, como de 2-45, por ejemplo, de 2-40, como de 5-50, por ejemplo, de 10-50 y/o un grado de amidación de no más de 95%, por ejemplo, no más de 75%, como no más de 60%, no más de 50%, como no más de 40%, por ejemplo, no más de 30%, como no más de 25%, por ejemplo, no más de 20%.

25 Una característica distintiva de los productos según la presente invención es el tamaño molecular aumentado de los polímeros de pectina en comparación con los polímeros de pectina convencionalmente proporcionados. Esta diferencia entre los dos tipos de polímeros puede ser expresada en términos de las propiedades que proporcionan viscosidad de los productos.

30 Con el fin de evaluar fácilmente los productos de pectina con respecto a su viscosidad, se proporciona en siguiente Método A.

Método A

35 Un vaso de 200 ml con un agitador magnético es tapado.

Se transfieren 1.000 gramos del material de pectina al vaso y se añaden 3 ml de isopropanol (IPA) bajo agitación magnética. Cuando la suspensión es homogénea, se añaden 100 ml de tampón de citrato en ebullición (véase más adelante) bajo agitación. Después de la disolución total del polímero se añaden 250 mg de hexametáfosfato de sodio. La solución se agita durante dos horas y se pesa hasta 100,0 gramos. Cuando la temperatura es de 20,0°C se determina la curva de flujo a velocidades de cizallamiento de 15-150 1/s en un dispositivo Haake Rheostress 1 (véase más adelante).

Tampón de ácido cítrico/citrato:

A: 21,02 gramos de monohidrato de ácido cítrico por litro de agua de intercambio iónico.

B: 29,41 gramos de dihidrato de citrato de trisodio por litro de agua de intercambio iónico.

45 Se mezclaron 17 partes de A y 33 partes de B para proporcionar la solución final.

Hake Rheostress 1:

Rotor del sistema detector Z34 DIN 53019 Serie 1.

El ajuste térmico del baño de agua fue de 20,0°C calentando el frasco medidor.

50 Por tanto, en una realización preferida de la presente invención, se proporciona un producto que puede ser obtenido mediante los métodos descritos en la presente memoria descriptiva o un producto que comprende pectina, en que dicho producto cumple al menos uno de los siguientes requisitos:

(i) el producto tiene una viscosidad de al menos 5 cp cuando se mezcla a una concentración como máximo de 1% (p/p) de pectina en una solución y se mide mediante el método A, o

5 (ii) el producto tiene una viscosidad que es al menos 2 veces mayor que la viscosidad de productos de pectina convencionalmente fabricados cuando se mezcla a una concentración como máximo de 1% (p/p) de pectina en una solución y se mide mediante el método A.

10 En todavía una realización de la presente invención, el producto tiene una viscosidad de al menos 5 cp (centipoises) cuando se mezcla a una concentración como máximo de 1% (p/p) de pectina en una solución, como al menos 10 cp, por ejemplo, al menos 15 cp, como al menos 20 cp, por ejemplo, al menos 25 cp, como al menos 35 cp, por ejemplo, al menos 40 cp, como al menos 45 cp, por ejemplo, al menos 50 cp, como al menos 75 cp, por ejemplo, al menos 100 cp, como al menos 150 cp, por ejemplo, al menos 200 cp. En una realización adicional de la presente invención, el producto tiene una viscosidad que es al menos 2,5 veces mayor que los productos de pectina convencionales usados, como al menos 3 veces mayor, por ejemplo, al menos 3,5 veces mayor, como al menos 4 veces mayor, por ejemplo, al menos 5 veces mayor.

Aplicaciones técnicas

15 Los productos de pectina que contienen fibras y los productos de pectina que pueden ser obtenidos mediante tratamientos como se describe con anterioridad tienen propiedades técnicas que permiten aplicaciones técnicas en diversos campos de forma inmediata. La fuerza de gel no sobrepasaba las propiedades de viscosidad y emulsión del producto lo hacen adecuado, por ejemplo, para la encapsulación, por ejemplo, de agentes aromáticos y colorantes solubles en agua y/o lípidos fácilmente volátiles. Una propiedad que puede ser usada en la producción de alimentos y productos alimenticios, así como en las industrias farmacéuticas y cosméticas, por ejemplo, en la encapsulación de micronutrientes, agentes para dar sabor, vitaminas, etc. Los productos de pectina de la presente invención por tanto son útiles en la producción de composiciones farmacéuticas sólidas y líquidas que incluyen, por ejemplo, comprimidos, suspensiones, emulsiones, etc. y como componentes en productos cosméticos como perfumes, cremas y lociones, etc.

20 25 Bajo ciertas condiciones de producción, el producto de la invención genera una película protectora alrededor del (o de los) agente(s) que se desea proteger, por ejemplo, frente al oxígeno, luz, calor, etc. Alternativamente, que se desea proteger puede ser incluido en un gel de encapsulación basado en el presente producto.

30 Además, el producto puede ser aplicable como un agente estructural mediante adición directa y/o en la restructuración de componentes en alimentos y productos alimenticios. En productos alimenticios, por ejemplo, mediante la restructuración de carne residual en forma de lonchas, como agente de viscosidad en salsas, agentes formadores de gel junto con carne y comidas con huesos y como componente estructurante en productos alimenticios secos bajo extrusiones a baja presión. Además, la adición del producto aumentará la estabilidad en autoclave de los productos alimenticios y el efecto emulsionante energético puede prevenir las pérdidas de grasa durante el tratamiento en autoclave.

35 En alimentos los productos de pectina de la invención pueden ser ventajosamente usados como un componente natural de sustitución de grasa en los productos denominados "light". Un aspecto particularmente ventajoso de esta aplicación es que el efecto emulsionante pronunciado de los productos de pectina hace posible la omisión de emulsionantes convencionales.

40 Una utilización particular de las propiedades técnicas que caracterizan los productos de pectina de la invención es usarlos en productos de tabaco, por ejemplo, como un sustituyente parcial para el tabaco o como un adyuvante técnico en el tratamiento de las hojas de tabaco. Además, la adición de productos de pectina de la invención a productos de tabaco será directamente estructurante y/o será utilizable en la restructuración de productos de tabaco. Los productos de pectina de la invención se ponen fácilmente en suspensión en agua a concentraciones elevadas y, dependiendo del grado de activación del producto, pueden ser manejados como una solución altamente viscosa y pegajosa con elevado porcentaje de materia seca. Por la misma razón, el material de tabaco puede ser restructurado y adherido conjuntamente mediante infusión de esta suspensión antes de secar. La presencia de un producto de pectina en los productos de tabaco acabados tiene un efecto de unión a agua y, por tanto, evita el secado hasta un nivel inaceptable. Pueden ser disueltos otros ingredientes de tabaco, o formar una sal en la mezcla de polímeros, y ser mezclados con el producto de pectina "activado". Debe apreciarse que las propiedades anteriores de protección del aroma, que con características de los productos de pectina de la invención, pueden ser aplicadas también para proteger los componentes de aroma y sabor en el tabaco.

Además, los productos que contienen pectina de la invención pueden ser usados como componentes adecuados para la piel en pañales, tejidos, toallitas sanitarias, etc.

55 Todavía en una realización, la presente invención se refiere al uso del material de partida vegetal tratado que contiene pectina en la fabricación de pectina, en la fabricación de alimentos para animales y para ser usado en productos alimenticios.

En una realización adicional, la presente invención se refiere también a uso de dicha pectina. Los usos incluyen

productos alimenticios, productos cosméticos, productos farmacéuticos y productos domésticos.

La pectina según la presente invención es particularmente útil para preparar confituras y mermeladas, para productos de bollería que incluyen confituras o masa, esterificados o no, bebidas proteicas acidificadas, preparaciones para el cuidado de heridas, productos de ostomía, etc.

- 5 En una realización de la presente invención, el producto de pectina que contiene fibras, la pectina y/o el producto que comprende pectina pueden ser usados para la encapsulación, por ejemplo, de agentes aromáticos y colorantes solubles en agua y/o lípidos fácilmente volátiles o en la encapsulación de micronutrientes, agentes para dar sabor, vitaminas, etc. o en la producción de composiciones farmacéuticas sólidas y líquidas que incluyen, por ejemplo, comprimidos, suspensiones, emulsiones, etc. y como componentes en productos cosméticos como perfumes, cremas y lociones etc. o como un agente de viscosidad y/o un agente emulsionante o para la sustitución de grasas o para la sustitución de tabaco.

En una realización adicional de la presente invención, los polímeros de pectina proporcionados pueden proporcionar también un sistema de suministro adecuado para el suministro de fármacos debido al acoplamiento proporcionado entre el grupo éster de la molécula de pectina el fármaco o compuesto que va a ser suministrado.

- 15 Las siguientes figuras y dibujos no limitativos describirán adicionalmente la presente invención.

Figura 1: muestra la diferencia de viscosidad (cp: centipoises) entre un producto de pectina cítrico según la presente invención (triángulos) en comparación con un producto de pectina cítrico convencional (cuadrados).

Ejemplos

Materiales y métodos

- 20 Determinación del grado de esterificación (DE), grado de amidación (DA), grado de acetilación (DAc) y ácido galacturónico anhidro (AGA)

Se determinaron el %DE, %DA, %DAc y el ácido galacturónico anhidro total (% AGA) de acuerdo con los métodos descritos en la publicación Food Chemical Codex, Fourth Edition, National Academic Press, Washington 1996, página 283.

- 25 Determinación de la fuerza de gel

La fuerza de gel (expresada en gramos) se obtuvo a aproximadamente 20°C en gel de sacarosa de calcio acuosa (pH = aproximadamente 3±0,1) con un contenido de sacarosa sólida de 30% en peso y contenido creciente de calcio mediante un dispositivo "Texture Analyser" (Stable Micro Systems, model TA-XT2i) usando los siguientes parámetros:

- 30 Pistón de cilindro de la prensa (SMS P/O TR) 5 mm de diámetro

Distancia: 4 mm

Velocidad: 0,5 mm/s.

Los geles se prepararon de la siguiente manera:

- 35 Se puso en suspensión una cantidad (3-4 g) del producto de pectina que contiene fibra correspondiente a 1,2 g de pectina, o 1,2 g de producto de pectina purificado, en 110,5 g de agua desmineralizada que contenía 0,100 de hexametáfosfato de sodio. Al añadir amoníaco acuoso concentrado (25%) gota a gota con agitación enérgica mediante un agitador U/ltra Turrax (UT) el pH se ajustó a 4,5. La mezcla se calentó a 70-80°C en un horno microondas y se trató otra vez con UT, tras lo cual se añadieron 60 g de sacarosa y se disolvió en el agua caliente bajo agitación con UT.

- 40 Se pesó hidrogeno-fosfato de calcio ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en la punta de una navicilla de pesaje y se transfirió cuantitativamente con 2 x 5 ml de agua desmineralizada a la mezcla de polímeros caliente bajo agitación con UT. Se disolvieron 2,2 g de gluconodelta-lactona ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_6$) en 12,5 ml de agua desmineralizada fría y se transfirieron análogamente de forma cuantitativa con 2,5 de agua desmineralizada a la mezcla de polímeros que contenía el hidrogeno-fosfato de calcio liberamente soluble finamente dividido. A continuación de la agitación con UT de la
- 45 mezcla caliente, la mezcla que tiene entonces un peso de 200 g se depositó en platos cubiertos con cinta lisa (diámetro: 60 mm; altura: 15 mm). Tras enfriar a temperatura ambiente (aproximadamente 20°C) hasta el día siguiente, se formó un gel. Se retiró la cinta y el gel en exceso se cortó para separarlo con una cuchilla cortadora.

Ejemplo 1

- 50 Se pusieron en suspensión 5 g de cortezas de lima secadas y trituradas (% AGA: 40,6%; %DE: 71,8) que tenían una dimensión máxima de 5 mm y un contenido de materia seca de 88% en peso en 550 g de una solución acuosa que

contenía 11,25 g de cloruro de sodio y 4,125 g de cloruro de calcio ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), correspondientes a 4,375 mmol de cloruro de sodio y 0,6488 mmol de cloruro de calcio, respectivamente, por gramo de materia seca vegetal.

5 La suspensión se agitó durante 70 minutos a una temperatura de 17°C, tras lo cual la temperatura se redujo a 6,5°C y se añadieron 150 g de amoníaco acuoso concentrado (25%), correspondientes a 2,22 mol o 50,45 mmol por gramo de materia seca vegetal, mientras se agitaba. La cantidad de amoníaco añadido fue de 2.96 mol por kg de mezcla de reacción y el pH era de 11.8 en la mezcla de reacción.

Con agitación suave, la suspensión se mantuvo a 6,5°C. La suspensión era fácil de agitar y el material de la corteza se dividió en una fase líquida de color amarillo intenso y no viscosa.

10 Después de 40 minutos de agitación, la fase líquida se escurrió a través de una tela de filtración. El material sólido se exprimió para retirar tanto líquido como fuera posible. El material sólido se lavó varias veces poniendo en suspensión el material en ácido sulfúrico diluido (600 ml) hasta que se obtuvo un pH estable de 2,2 a 2,5 en la suspensión. Después de cada etapa de lavado el líquido se escurrió. Después de haber escurrido el líquido a continuación de la etapa de lavado final a través de la tela de filtración, el material sólido se exprimió para retirar tanto líquido como fuera posible.

15 El material húmedo (contenido de materia seca de aproximadamente 25% en peso) se secó durante una noche en una estufa de secado a 40°C. El producto seco se desmenuzó en forma de un polvo fino que tenía un tamaño de partículas de menos de 0,2 mm. El rendimiento de producto de pectina que contiene fibras era de 42 g con un contenido de materia seca de 89,8% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 1. Con los iones de calcio el producto formó geles estables. Las fuerzas de geles de los geles con 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 2.

Tabla 1

Características analíticas de producto de pectina que contiene fibras	
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	47,7
Grado de esterificación (% DE)	12,1
Grado de amidación (% DA)	28,2
Fibras dietéticas*	85,3
* porcentaje en peso de materia seca	

Tabla 2

Conc. de calcio (ppm) en gel	Concentración de gel en gramos
117	No determinada
233	629
466	711
699	898

25 La solución que contenía amoníaco, que había sido escurrido, se vertió en el doble de volumen de isopropanol (100%). No se observó precipitación de material polímero, expresando que el tratamiento de las cortezas de lima con amoníaco en presencia de sal no dio lugar a una solubilización y extracción de pectina.

30 Con fines de comparación, se trataron 50 g de cortezas de lima de la misma manera que se describió anteriormente, con la excepción de que no se añadieron cloruro de sodio ni cloruro de calcio. Durante el tratamiento con amoníaco, la mezcla de reacción se hizo cada vez más viscosa y finalmente aparecía como una mezcla muy viscosa y grumosa que era difícil de manejar. La separación del material sólido de la parte líquida fue una operación que requirió tiempo (aproximadamente 30 minutos).

Tras lavar con ácido sulfúrico diluido, secar y triturar el material separado, se obtuvieron 37 g con un contenido de materia seca de 90,1% en peso.

35 La solución que contenía amoníaco se vertió en isopropanol (100%), dando lugar a la precipitación de un material de polímeros voluminosos. A continuación de la separación y secado del material precipitado, se obtuvieron 12 g de contenido de materia seca de 95,7% en peso.

Ejemplo 2-7

En los ejemplos 2-7 se trataron 50 g de cortezas de lima secadas y trituradas (dimensión máxima: 5 mm) (% AGA: 40,6; % DE: 71,8) con un contenido de materia seca de 88% en peso como se describe en el ejemplo 1, con la excepción de que el tiempo de hinchamiento, temperatura de hinchamiento, temperatura de desesterificación, tiempo de desesterificación o concentración de sales se alteraron en comparación con el ejemplo 1. En todos los ejemplos, el contenido de materia seca vegetal en la solución de sales fue de 7,33% en peso y el tratamiento con amoníaco acuoso se llevó a cabo con una cantidad de amoníaco de 50,5 mmol de amoníaco por gramo de materia seca vegetal. La cantidad de amoníaco añadido fue de 2,96 mol de amoníaco por kg de mezcla de reacción.

Los productos de pectina que contienen fibras se aislaron como se describe en el ejemplo 1 y se analizaron en cuanto al grado de esterificación y el grado de amidación. Los parámetros de la reacción, así como el %DE y %DA, se muestran en la tabla 3.

Tabla 3

Ejemplo	Hinchamiento		Desesterificación		Con. sales mmol/g materia seca		%DE	%DA
	Min.	°C	Min.	°C	Na	Ca		
2	30	3,5	40	3,5	0	0,6376	23,8	26,1
3	70	3,5	30	3,5	0	0,6376	26,7	23,5
4	10	3,5	30	3,5	4,375	0	33,3	20,8
5	30	3,5	20	3,5	4,375	0,6376	35,0	17,3
6	10	3,5	40	3,5	29,165	0,6376	30,7	15,9
7	10	3,5	40	3,5	29,165	0	29,5	17,8

Ejemplo 8

Se pusieron en suspensión 937,5 g de pulpa de patata (% AGA en pulpa seca: 17,0; % DE: 56,9; % DAc: 17,4) en la forma de partículas que tenían un tamaño de $\leq 0,5$ mm y un contenido de materia seca de 18% en peso en aproximadamente 3075 g de una solución acuosa que contenía 66,9 g (1,1447 mol) de cloruro de sodio y 24,54 g (0,1669 mol) de cloruro de calcio correspondientes a 7,6313 mmol de cloruro de sodio y 1,1126 mmol de cloruro de calcio, respectivamente, por gramo de materia seca vegetal. El peso de la suspensión era de 4013,6 g

Bajo agitación enérgica, la suspensión se ajustó a pH = 7 con agua amoniacal y se continuó la agitación durante 70 minutos a una temperatura de aproximadamente 20°C, tras lo cual se añadieron 445,9 g de amoníaco acuoso concentrado (25%, correspondientes a 6,609 mol o 44,06 mmol por gramo de materia seca vegetal. La cantidad de amoníaco añadido fue de 1,482 mol por kg de mezcla de reacción. Durante la totalidad del procedimiento de reacción el pH era de aproximadamente 12.

Bajo agitación continuada, la suspensión se mantuvo a aproximadamente 20°C. La suspensión era fácil de agitar y la fase líquida era fácilmente fluida y poco viscosa. Después de 30 minutos de agitación, la fase líquida se escurrió a través de una tela de filtración. El material salido se exprimó para retirar tanto líquido como fuera posible y seguidamente se usó en suspensión en 5 litros de agua desmineralizada que contenía 200 ml de solución al 20% de ácido sulfúrico. El material sólido se volvió a aislar mediante escurrido del líquido. Después de otros dos tratamientos con 5 litros de agua desmineralizada, el pH de la suspensión fue = 2,2. Después de haber escurrido el líquido a continuación de la etapa de lavado final a través de la tela de filtración, el material de pulpa sólida se exprimó para retirar tanto líquido como fuera posible.

El producto húmedo (contenido de materia seca de aproximadamente 25% en peso) se secó durante una noche en una estufa de secado a 40°C. El producto seco se trituró (molino Fritsch) hasta un polvo fino que tenía un tamaño de partículas de menos de 0,2 mm. El rendimiento de producto de pectina que contiene fibras fue de 120 g con un contenido de materia seca de 93,0% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 4. Con iones de calcio el producto formó geles estables. Las fuerzas de geles con 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 5.

Tabla 4

Características analíticas de producto de pectina que contiene fibras	
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	17,8
Grado de esterificación (% DE)	8,6

Características analíticas de producto de pectina que contiene fibras	
Grado de amidación (% DA)	10,3
Grado de acetilación (% DAc)	5,6
Fibras dietéticas*	68,5
* porcentaje en peso de materia seca	

Tabla 5

Conc. de calcio (ppm) en gel	Fuerza de gel en gramos
117	Sin estructura de gel
233	73
466	124
699	145

5 La solución que contenía amoníaco, que había sido escurrida, se vertió en un volumen doble de isopropanol (100%. No se observó precipitación del material de polímeros, expresando que el tratamiento de la pulpa de patata con amoníaco en presencia de sales no dio lugar a una solubilización y extracción de pectina.

10 Como en el ejemplo 1, la misma cantidad de pulpa de patata fue tratada de la misma forma que se describió anteriormente, pero sin cloruro de sodio y cloruro de calcio añadidos. Durante el tratamiento con amoníaco, la suspensión era muy viscosa y difícil de agitar. Se tardó mas de 30 minutos en separar particularmente material de pulpa sólida de la fase amoniacal líquida.

Se vertieron 1234 g de la fase amoniacal líquida en el isopropanol, dando lugar a la precipitación de un material de polímeros voluminoso. Después de la separación y secado del material precipitado, se obtuvieron 16,3 g con un contenido de materia seca de 90,4% en peso.

15 Se lavaron 800 g de material de pulpa parcialmente sólido con solución diluida de ácido sulfúrico, se secó y se trituró para proporcionar 56,7 g con un contenido de materia seca de 90,7% en peso.

Ejemplos 9-14

20 En los ejemplos 9-14 se trataron 130,81 g de pulpa de patata (% AGA en pulpa tratada: 17,0; % DE: 56,9; % DAz: 17,4) con un contenido de materia seca de 18% en peso y un tamaño de partículas $\leq 0,5$ mm, como se describe en el ejemplo 2, con la excepción de que la temperatura de desesterificación, tiempo de desesterificación, concentración de sales o concentración de amoníaco se alteraron en comparación con el ejemplo 2.

En todos los ejemplos el contenido de materia seca vegetal en la solución de sales fue de 4,11 % en peso y el material de pulpa se hinchó durante 10 minutos a 3,5°C antes del tratamiento con amoníaco acuoso.

Los productos de pectina que contienen fibras se asilaron como se describe en el ejemplo 2 y se analizaron en cuanto a % DE y % DA. Los parámetros de la reacción, así como el % DE y % DA, se muestran en la tabla 6.

25 Tabla 6

Ejemplo	Desesterificación		Conc. sales mmol/g materia seca		NH ₃ - cantidad		% DE	% DA
	Min.	°C	Na	Ca	mmol/materia seca	mol/kg*		
9	120	20	13,207	0	80	2,69	4,8	26,6
10	30	3,5	0	1,112	44	1,50	16,5	23,0
11	30	3,5	7,629	0	44	1,50	22,1	23,2
12	60	3,5	7,629	1,112	44	1,50	10,1	24,2
13	30	3,5	7,629	1,112	44	1,50	14,5	23,3
14	60	20	13,207	0	80	2,69	5,64	26,06

* mezcla de reacción

Ejemplo 15

5 Se pusieron en suspensión 200 g de cortezas de naranja troceadas y secadas (% AGA: 41,5; % DE: 70,7) de naranjas de Marruecos con un contenido de materia seca de 85% en peso en aproximadamente 2379 g de una solución acuosa que contenía 45,0 g (0,7700 mol) de cloruro de sodio y 16,5 g (0,1122 mmol) de cloruro de calcio (CaCl₂·2H₂O). La suspensión (2640 g) se agitó durante 30 minutos a una temperatura de aproximadamente 15°C, tras lo cual la temperatura se redujo a 3-4°C y se añadieron 360 g de amoníaco acuoso concentrado (25%, correspondiente a 5,336 mol, mientras se agitaba. La cantidad de amoníaco fue de 2,02 mol por kg de mezcla de reacción.

10 Mientras se agitaba, la suspensión se mantuvo a una temperatura de 3 a 4°C durante 30 minutos. La suspensión era fácil de agitar y el material de la corteza se distribuyó en una fase líquida no viscosa.

15 Después de 30 minutos de agitación, la fase líquida se escurrió a través de una tela de filtración. El material sólido se exprimó para separar tanto líquido como fuera posible y seguidamente se lavó con ácido sulfúrico diluido como se escribió en el ejemplo 1. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 7. El producto formó geles estables con iones de calcio. Las fuerzas de geles con 117, 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 8

Tabla 7

Características analíticas	
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	44,2
Grado de esterificación (% DE)	29,4
Grado de amidación (% DA)	17,5
* porcentaje en peso de materia seca	

Tabla 8

Conc. de calcio (ppm) en gel	Fuerza de gel en gramos
117	87
233	295
466	365
699	457

20 El producto de pectina que contiene fibras húmedas ascendía a 900 g con un contenido de materia seca de 16,1% en peso se puso en suspensión en 9000 ml de agua desmineralizada y el pH se ajustó a 4,5 con 12,1 g de amoníaco acuoso concentrado (25%). Mientras se agitaba, la suspensión se calentó y se dejó a 75°C bajo agitación constante durante 60 minutos, tras lo cual el extracto se separó de un residuo de extracción insoluble mediante filtración a través de tierra de filtración.

25 El filtrado se vertió en el doble de volumen de isopropanol (100%), con lo que el producto de pectina precipitó. A continuación de la separación del producto de pectina precipitado y purificado, así como de lavar y secar a 40°C, se obtuvieron 37,3 g de contenido de materia seca de 92.9% en peso. El producto se trituró hasta un polvo fino que tenía un tamaño de partículas de menos de 2 mm. Las características analíticas del producto de pectina purificado se muestran en la tabla 9. Con iones de calcio, el producto formó geles estables. Las fuerzas de geles de los geles con 177, 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 10.

30 Tabla 9

Características analíticas de producto de pectina purificado	
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	80,7
Grado de esterificación (% DE)	24,3
Grado de amidación (% DA)	18,1
Grado de acetilación (% DAC)	0
* porcentaje en peso de materia seca	

Tabla 10

Conc. de calcio (ppm) en gel	Fuerza de gel en gramos
117	104
233	489
466	661
699	675

Ejemplo 16

5 Se pusieron en suspensión 2812,5 g de pulpa de patata húmeda con un contenido de materia seca de 14% en peso en aproximadamente 9200 g de solución acuosa que contenía 200 g (3,4223 mol) de cloruro de sodio y 73,6 g (0,5006 mol) de cloruro de calcio ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) correspondientes a 8,69 mmol de cloruro de sodio, 1,27 mmol de cloruro de calcio, respectivamente, por gramo de materia seca vegetal. El peso de la suspensión era de 12041 g.

10 Después de agitar la suspensión durante 10 minutos a 19°C, se añadieron 1337,8 g de amoníaco acuoso concentrado (25%), correspondientes a 19,829 mol o 50,36 mmol por gramo de materia seca vegetal. La cantidad de amoníaco añadido fue de 1,482 mo por kg de mezcla de reacción.

15 La mezcla se agitó durante 30 minutos a 19°C, tras lo cual se escurrió una fase líquida a través de una tela de filtración. El material sólido se exprimió para retirar tanto líquido como fuera posible, tras lo cual el material sólido se puso en suspensión en 15 l de agua desmineralizada, mientras se agitaba, y el pH se ajustó a aproximadamente 1,3 con una solución al 20% de ácido sulfúrico (1200 ml). El material sólido se separó nuevamente exprimiendo la solución de lavado a través de la tela de filtración y se puso en suspensión en 15 l de agua desmineralizada, mientras se agitaba. Este procedimiento de lavado se repitió dos veces. Después del lavado final, el pH del líquido de lavado era de 2,5.

20 Después de exprimir el agua de lavado final a través de la tela de filtración y exprimir el producto de pectina que contiene fibras sólidas separado, este ascendió a 1785 g. El contenido de materia seca era de 18,6% en peso.

Una parte del producto de pectina que contiene fibras húmedas se secó a 60°C durante una noche y se trituró (molino de Fritsch) hasta un polvo fino que tenía un tamaño de partículas de menos de 0,2 mm. Las características analíticas del producto de pectina que contiene fibras secas se muestran en la tabla 11. El producto formó geles estables con iones de calcio. Las fuerzas de geles con 117, 233, 46 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 12.

25 Tabla 11

Características analíticas de producto de pectina que contiene fibras	
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	16,2
Grado de esterificación (% DE)	3,0
Grado de amidación (% DA)	12,8
Grado de acetilación (% DAc)	8,0
* porcentaje en peso de materia seca	

Tabla 12

Conc. de calcio (ppm) en gel	Fuerza de gel en gramos
117	58
233	175
466	231
699	168

Ejemplo 17

30 Se pusieron en suspensión 893 g de producto de pectina que contiene fibras húmedas (contenido de materia seca de 18,6 % en peso) del ejemplo 16 en 8640 g de agua desmineralizada con agitación enérgica y el pH se ajustó a 4,5 añadiendo amoníaco acuoso concentrado (25%).

Mientras se agitaba, la suspensión se calentó y se dejó con agitación a 75°C durante 30 minutos, tras lo cual la fase líquida (el extracto) se separó de un residuo de extracción insoluble por filtración a través de una tela de filtración. El residuo de extracción insoluble se exprimió para expulsar tanto extracto como fuera posible. El producto de pectina extraído se precipitó vertiendo el extracto enfriado (6800 ml) en el mismo volumen de isopropanol que contenía 1233 g de solución de ácido sulfúrico (15,6%). El producto de pectina se aisló sobre una tela de filtración, se exprimió enérgicamente y se lavó dos veces poniéndolo en suspensión en 800 ml de isopropanol con agitación enérgica. Después de filtrar sobre una tela de filtración y comprimir, el producto de pectina purificado se secó a 40°C durante una noche. El rendimiento de producto de pectina purificado fue de 31 g con un contenido de materia seca de 93% en peso. Las características analíticas del producto de pectina purificado se muestran en la tabla 13. Con iones de calcio, el producto formó geles estables. Las resistencias de eles de los geles con 117, 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 14.

Tabla 13

Características analíticas de producto de pectina purificado	
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	31,3
Grado de esterificación (% DE)	aproximadamente 3
Grado de amidación (% DA)	11,5
Grado de acetilación (% DAC)	2,2
* porcentaje en peso de materia seca	

Tabla 14

Conc. de calcio (ppm) en gel	Fuerza de gel en gramos
117	103
233	257
466	304
699	308

15

Ejemplo 18

Rodajas de remolacha azucarera, que habían sido congelados a -20°C, fueron descongeladas y picadas en una picadora de velocidad elevada hasta un tamaño de partículas ≤ 5 mm. Se pusieron en suspensión 366,7 g (% AGA en pulpa seca: 23,9%; % DE: 42,7%; % DAC: 15,2) con un contenido de materia seca de 11% en peso, con agitación, en aproximadamente 1200 g de una solución acuosa (aproximadamente 2°C) que contenía 26,17 g de cloruro de sodio y 9,60 g de cloruro de calcio ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) correspondientes a 11,101 mmol de cloruro de sodio y 1,619 mmol de cloruro de calcio, respectivamente, por gramo de materia seca vegetal. El peso de la suspensión era de 1571 g.

La suspensión se agitó durante 20 minutos a una temperatura de aproximadamente 2°C, tras lo cual se añadieron 174,4 g de amoníaco acuoso concentrado (25%) correspondientes a 2,585 mol o 64,08 mmol por tramo de materia seca vegetal. La cantidad de amoníaco añadido fue de 1,482 mol por kg de mezcla de reacción.

Después de agitar la mezcla durante 60 minutos a aproximadamente 2°C y un pH de aproximadamente 12, la fase líquida se escurrió a través de una tela de filtración y el material sólido se exprimió para retirar tanto líquido como fuera posible, tras lo cual el material sólido se usó en suspensión en agua desmineralizada y el pH se ajustó a 1,3 con ácido sulfúrico diluido. El material sólido se separó nuevamente escurriendo el líquido a través de una tela de filtración y se puso en suspensión en agua desmineralizada bajo agitación. El pH se ajustó a 1,3 con ácido sulfúrico diluido.

Después de la separación del material sólido, este se lavó poniéndolo en suspensión en agua desmineralizada. El material lavado se separó escurriendo el agua de lavado a través de una tela de filtración, se exprimió para retirar tanto líquido como fuera posible y se secó a 40°C durante una noche en una estufa de secado. El material secado se trituró hasta un polvo fino que tenía un tamaño de partículas de menos de 0,2 mm. El rendimiento de producto de pectina que contiene fibra fue de 29,81 g con un contenido de materia seca de 92,9% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 17.

El producto de pectina formó geles estables con calcio. Las fuerzas de geles de los geles con 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 15.

40

Tabla 15

Conc. de calcio (ppm) en gel	Fuerza de gel en gramos
233	17,5
466	51,0
699	67,2

Ejemplo 19

5 Se trataron 366,7 g de rodajas de remolacha azucarera picadas (misma calidad que la usada en el ejemplo 8) como se describe en el ejemplo 18, con la excepción de que el tiempo de tratamiento fue de 30 minutos.

El rendimiento de producto de pectina que contenía fibras fue de 30,0 g con un contenido de materia seca de 92,3% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 17.

10 El producto de pectina que contiene fibras formó soluciones viscosas a 20°C con iones de calcio en soluciones acuosas que contienen 30% en peso de sacarosa y con un pH de 3,5. Las soluciones se prepararon como se describe para la determinación de la fuerza de gel. Las viscosidades de soluciones que contienen 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se midieron con un dispositivo Haake Rheometer (Rheostress, Sensor System Z34, DIN 53019, series 1). Los resultados se muestran en la tabla 16.

Tabla 16

Velocidad de cizallamiento (s ⁻¹)	Viscosidad (mPa·s) a		
	233 ppm Ca	466 ppm Ca	699 ppm Ca
15	277,0	1325	1691
30	176,5	710,3	814,7
60	119,6	300,3	436,3
90	97,1	187,8	250,3
120	83,9	141,5	183,9
150	75,9	121,7	183,9

15 Tabla 17

Características analíticas del producto de pectina que contiene fibras de rodajas de remolacha azucarera	Ejemplo 18	Ejemplo 19
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	26,1	24,8
Grado de esterificación (% DE)	12,2	15,7
Grado de amidación (% DA)	16,2	13,7
Grado de acetilación (% DAc)	6,3	10,7
* porcentaje en peso de materia seca		

Ejemplo 20

20 Se pusieron en suspensión 100 g de rodajas de lima secadas y trituradas (% AGA: 40,6; % DE: 71,8) que tienen un tamaño de partículas máximo de 5 mm y un contenido de materia seca de 88% en peso en aproximadamente 1280 g de una solución acuosa (3°C) que contenía 22,5 g de cloruro de sodio y 8,25 g de cloruro de calcio (CaCl₂·2H₂O) correspondientes a 4,375 mmol de cloruro de sodio y 0,6378 mmol de cloruro de calcio, respectivamente, por gramo de materia seca vegetal. El peso de la suspensión era de 1378,5 g.

25 La suspensión se agitó durante 30 minutos a una temperatura de 3°C, tras lo cual se añadieron gradualmente con agitación enérgica 4,75 g de hidróxido de calcio pulverizado (Ca(OH)₂), correspondientes a 64,11 mmol o 0,728 mmol de calcio por gramo de materia seca vegetal y se mantuvo a un pH = 12,0 ± 0,1. La cantidad de hidróxido de calcio añadido fue de 46,35 mmol por kg de mezcla de reacción. La mezcla se agitó durante 35 minutos a una temperatura de 3°C, tras lo cual se añadió ácido sulfúrico diluido hasta pH = 1,3.

La fase líquida se escurrió a través de una tela de filtración y el material sólido se exprimó para retirar tanto líquido

como fuera posible, tras lo cual el material sólido se puso en suspensión en agua desmineralizada y el pH se ajustó a 1,3 con ácido sulfúrico diluido.

Después de escurrir la fase líquida a través de la tela de filtración y exprimir el material sólido, el material sólido se lavó finalmente poniéndolo en suspensión de agua desmineralizada.

- 5 Después de escurrir la fase líquida a través de una tela de filtración, el material sólido se secó en una estufa a una temperatura de 40°C durante una noche. El producto seco se trituró hasta un polvo fino que tenía un tamaño de partículas $\leq 0,2$ mm. El rendimiento de producto de pectina que contiene fibras fue de 87,3 g con un contenido de materia seca de 92,8% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 18.

El producto formó geles estables con calcio. Las fuerzas de geles medidas se muestran en la tabla 19.

10 Ejemplo 21

Se trataron 100 g de cortezas de lima secadas y trituradas (misma calidad que la usada en el ejemplo 20) como se describe en el ejemplo 20, con la excepción de que se usaron 215,8 g de hidróxido de sodio 0,5 N (107,9 mmol), correspondientes a 1,226 mmol de sodio por gramo de materia seca vegetal en lugar de 4,75 g de hidróxido de calcio. La cantidad de hidróxido de sodio añadido fue de 76,69 mmol por kg de mezcla de reacción.

- 15 El rendimiento de producto de pectina que contiene fibras fue de 85,5 g con un contenido de materia seca de 98,3% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 18 y en la tabla 19 se muestran las resistencias de geles de geles que contienen 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente.

Tabla 18

Características analíticas del producto de pectina que contiene fibras de rodajas de lima	Ejemplo 20	Ejemplo 21
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	44,8	40,6
Grado de esterificación (% DE)	38,4	38,7
Grado de acetilación (% DAC)	-	-
* porcentaje en peso de materia seca		

20 Tabla 19

Conc. de calcio (ppm) en gel	Fuerza de gel en gramos	
	Ejemplo 20	Ejemplo 21
233	206	244
466	251	335
699	482	438

Ejemplo 22

- 25 Se pusieron en suspensión 100 g de cortezas de limón secadas y trituradas (% AGA: 41,7; % DE: 74,3) con tamaño de partículas máximo de 5 mm y un contenido de materia seca de 91% en peso, bajo agitación, en aproximadamente 1280 g de una solución acuosa (2,5°C) que contiene 22,5 g de cloruro de sodio 8,25 g de cloruro de calcio $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ correspondientes a 4,231 mmol de cloruro de sodio y 0,6167 mmol de cloruro de calcio, respectivamente, por gramo de materia seca vegetal. El peso de la suspensión era de 1378,5 g.

- 30 La suspensión se agitó durante 30 minutos a una temperatura de 2,5°C, tras lo cual se añadieron gradualmente con agitación enérgica 4,69 g de hidróxido de calcio pulverizado ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), correspondientes a 63,30 mmol o 0,695 mmol de calcio por gramo de materia seca vegetal y se mantuvo a un $\text{pH} = 12 \pm 0,1$. La cantidad e hidróxido de calcio añadido fue de 45,77 mmol por kg de mezcla de reacción. La mezcla de reacción se agitó durante 35 minutos a una temperatura de 2,5°C, tras lo cual se añadió ácido sulfúrico diluido hasta un $\text{pH} = 1,3$.

- 35 El producto de pectina que contiene fibras se trató y se aisló como se describe en el ejemplo 20. El rendimiento fue de 80,0 g con un contenido de materia seca de 92,3% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 20.

El producto de pectina formado formó geles estables con iones de calcio. Las fuerzas de geles de geles con 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 21.

Ejemplo 23

5 Se trataron 100 g de cortezas de limón secadas y trituradas (misma calidad que la usada en el ejemplo 22) como se describe en el ejemplo 22, con la diferencia de que el hinchamiento del material de cáscaras se llevó a cabo a una temperatura de 20°C y el tratamiento con hidróxido de calcio se llevó a cabo a una temperatura de 20°C durante 26 minutos.

El rendimiento de producto de pectina que contiene fibras fue de 78,0 g con un contenido de materia seca de 92,6% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 20.

El producto formó geles estables con iones de calcio. Las fuerzas de geles con 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 21.

10 Tabla 20

Características analíticas del producto de pectina que contiene fibras de rodajas de limón	Ejemplo 22	Ejemplo 23
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	41,6	41,2
Grado de esterificación (% DE)	33,1	29,4
Grado de acetilación (% DAc)	-	-
* porcentaje en peso de materia seca		

Tabla 21

Conc. de calcio (ppm) en gel	Fuerza de gel en gramos	
	Ejemplo 22	Ejemplo 23
233	336	207
466	540	229
699	710	519

Ejemplo 24

15 Se pusieron en suspensión 281,3 g de pulpa de patata húmeda (% AGA: 16,4, % DE: 46,1; % DAc: 11) con un tamaño de partículas $\leq 0,5$ mm y un contenido de materia seca de 14% en peso, bajo agitación, en aproximadamente 1020 g de una solución acuosa (2,5°C) que contiene 20,0 g de cloruro de sodio y 7,36 g de cloruro de calcio ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) correspondientes a 8,69 mmol de cloruro de sodio y 1,271 mmol de cloruro de calcio, respectivamente, por gramo de materia seca vegetal. El peso de la suspensión era de 1304,5 g.

20 La suspensión se agitó durante 20 minutos a una temperatura de 2,5-3°C, tras lo cual se añadieron gradualmente con agitación enérgica 2,56 g de hidróxido de calcio pulverizado ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), correspondientes a 34,55 mmol o 0,887 mmol de calcio por gramo de materia seca vegetal y se mantuvo a $\text{pH} = 12 \pm 0,1$. La cantidad de hidróxido de calcio añadido fue de 26,43 mmol por kg de mezcla de reacción. La mezcla de reacción se agitó durante 45 minutos a una temperatura de 2,5-3°C tras lo cual se añadió ácido sulfúrico diluido hasta $\text{pH} = 1,3$.

25 El producto de pectina que contiene fibras se trató y se aisló como se describe en el ejemplo 20. El rendimiento fue de 37,0 g con un contenido de materia seca de 91,8% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 22.

Con iones de calcio el producto formó geles estables. Las fuerzas de geles con 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 23.

30 Ejemplo 25

35 Se trataron 281,3 g de pulpa de patata húmeda (misma calidad que la usada en el ejemplo 24) según el mismo procedimiento descrito en el ejemplo 24, con la diferencia de que se usaron 113,1 g de hidróxido de sodio 0,5 N (56,55 mmol), correspondientes a 1,436 mmol de hidróxido de sodio por gramo de materia seca vegetal en lugar de 2,56 g de hidróxido de calcio. La cantidad de hidróxido de sodio añadido fue de 39,91 mmol por kg de mezcla de reacción.

El producto de pectina que contiene fibra fue de 37,0 g con un contenido de materia seca de 91,6% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 22. Con iones de calcio el producto formó geles estables. Las fuerzas de geles con 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 23.

Tabla 22

Características analíticas del producto de pectina de pulpa de patata	Ejemplo 24	Ejemplo 25
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	17,2	15,9
Grado de esterificación (% DE)	14,7	5,5
Grado de acetilación (% DAc)	7,8	7,7
* porcentaje en peso de materia seca		

Tabla 23

Conc. de calcio (ppm) en gel	Fuerza de gel en gramos	
	Ejemplo 24	Ejemplo 25
233	217	197
466	350	274
699	473	328

5 Ejemplo 26

Se pusieron en suspensión 281,3 g de rodajas de remolacha azucarera picadas (misma calidad que la usada en el ejemplo 18), bajo agitación, en aproximadamente 1020 g de una solución acuosa (2,5°C) que contenía 20,0 g de cloruro de sodio y 7,36 g de cloruro de calcio ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) correspondientes a 11,061 mmol de cloruro de sodio y 1,618 mmol de cloruro de calcio, respectivamente, por gramo de materia seca vegetal. El peso de la suspensión era de 1304,5 g.

La suspensión se agitó durante 20 minutos a una temperatura de 2-3°C, tras lo cual se añadieron gradualmente bajo agitación enérgica 3,048 g de hidróxido de calcio pulverizado ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), correspondientes a 41,14 mol o 1,329 mmol de calcio por gramo de materia seca vegetal y se mantuvo a un pH de aproximadamente 12. La cantidad de hidróxido de calcio añadido fue de 31,47 mmol por kg de mezcla de reacción. La mezcla de reacción se agitó durante 45 minutos a una temperatura de 2-3°C, tras lo cual se añadió ácido sulfúrico diluido hasta pH = 1,3.

El producto de pectina que contiene fibras se trató y se aisló como se describió en el ejemplo 20. El rendimiento fue de 23,4 g con un contenido de materia seca de 93,8% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 24. Con iones de calcio, el producto formó geles estables. Las fuerzas de geles con 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 25.

20 Ejemplo 27

Se pusieron en suspensión 562,5 g de rodajas de remolacha azucarera picadas (misma calidad que la usada en el ejemplo 18), bajo agitación, en aproximadamente 1020 g de una solución acuosa (2°C) que contenía 20,0 g de cloruro de sodio y 7,36 g de cloruro de calcio ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) correspondientes a 5,531 mmol de cloruro de sodio y 0,809 mmol de cloruro de calcio, respectivamente, por gramo de materia seca vegetal. El peso de la suspensión era de 1585,6 g.

La suspensión se agitó durante 20 minutos a una temperatura de aproximadamente 2°C, tras lo cual se añadieron gradualmente con agitación enérgica 6,66 g de hidróxido de calcio pulverizado ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) y se mantuvo a un pH = $12,0 \pm 0,1$. La cantidad de hidróxido de calcio añadido fue de 56,46 mmol por kg de mezcla de reacción. La mezcla de reacción se agitó durante 75 minutos a una temperatura de 2-3°C, tras lo cual se diluyó con ácido sulfúrico hasta un pH = 1,3.

El producto de pectina que contiene fibra se trató y se aisló como se describió en el ejemplo 20. el rendimiento fue de 47,0 g con un contenido de materia seca de 92,7% en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 24. Con iones de calcio, el producto formó geles estables. Las fuerzas de geles con 233, 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 25.

35 Ejemplo 28

Se trataron 562,5 g de rodajas de remolacha azucarera picadas (misma calidad que la usada en el ejemplo 18) como se describió en el ejemplo 27, con la excepción de que se usaron 263,3 g de hidróxido de sodio 0,5 N (131,65 mmol) correspondientes a 2,127 mmol de hidróxido de sodio por gramo de materia seca vegetal o 71,24 mmol or kg de mezcla de reacción en lugar de 6,66 g de hidróxido de calcio, y el tiempo de tratamiento fue de 35 minutos.

El rendimiento de producto de pectina que contiene fibras fue de 47,1 g con un contenido de materia seca de 93,2%

en peso. Las características analíticas del producto se muestran en la tabla 24. Con iones de calcio el producto formó geles estables. Las fuerzas de geles de geles con 466 y 699 ppm de calcio, respectivamente, se muestran en la tabla 25. Con menos contenido de calcio, por ejemplo, 233 ppm de calcio, el producto formó soluciones muy viscosas.

5 Tabla 24

Características analíticas del producto de pectina de pulpa de rodajas de remolacha azucarera	Ejemplo 26	Ejemplo 27	Ejemplo 28
Ácido galacturónico anhidro (% AGA)*	29,3	25,2	30,2
Grado de esterificación (% DE)	25,2	2,2	36,7
Grado de acetilación (% DAc)	6,3	5,2	7,8
* porcentaje en peso de materia seca			

Tabla 25

Conc. de calcio (ppm) en gel	Fuerza de gel en gramos		
	Ejemplo 26	Ejemplo 27	Ejemplo 28
233	57	79	Sol. viscoso
466	128	254	32
699	157	360	53

Ejemplo 29

10 Un vaso de 200 ml con agitador magnético se tapó.

Se transfirieron al vaso 0,600%, 0,8000% y 1,000% en peso de un producto de pectina cítrica proporcionado por la presente invención y 1,000%, 1,200% y 1,400% en peso de producto de pectina cítrica convencional, respectivamente, y se añadieron 3 ml de isopropanol (IPA) bajo agitación magnética. Cuando la suspensión era homogénea se añadieron 100 ml de tampón de citrato a ebullición (véase más abajo) con agitación. Después de la disolución total del polímero se añadieron 250 mg de hexametáfosfato de sodio. La solución se agitó durante dos horas y se pesó hasta 100,0 gramos. Cuando la temperatura fue de 20,0°C se determinó la curva de flujo a velocidades de cizallamiento de 15-150 1/s en un dispositivo Haake Rheostress 1 (véase más abajo). La viscosidad a una velocidad de cizallamiento de 90 1/s se representó gráficamente en un gráfico con la concentración en % como variable independiente. La comparación con patrones u otras muestras se hizo determinando la cantidad de muestras necesaria para proporcionar una viscosidad de 40 centipoises.

20 Tampón de ácido cítrico/citrato:

A: 21,02 gramos de monohidrato de ácido cítrico por litro de agua de intercambio iónico.

B: 29,41 gramos de dihidrato de citrato de trisodio por litro de agua de intercambio diónico.

Se mezclaron 17 partes de A y 33 partes de B para proporcionar la solución final.

25 Hake Rheostress 1:

Rotor del sistema detector Z34 DIN 53019 Serie 1.

El ajuste térmico del baño de agua fue de 20,0°C calentando el recipiente de medición.

Resultados

30 La Figura 1 muestra que los productos de pectina obtenidos mediante la presente invención tienen una viscosidad más elevada a la concentración de pectina en la solución. Esto significa que hay una distancia funcional entre los dos tipos de productos de pectina que indica que uno necesita añadir una cantidad doble del producto de pectina convencional para obtener las mismas propiedades que proporcionan viscosidad (a 40 cp) que las proporcionadas mediante la presente invención

Referencias

35 US 5.567.462

US 2.480.710

DE 4 013 765

DE 4 042 405

Food Chemical Codex, Fourth Edition, National Academic Press, Washington 1996, página 283

5

REIVINDICACIONES

1. Un método para proporcionar un producto de pectina que contiene fibras a partir de un material vegetal, comprendiendo dicho método las etapas de:
 - (i) proporcionar un sistema de reacción *in situ* hinchando el material vegetal en una solución acuosa, en que dicha solución acuosa comprende al menos una sal,
 - (ii) someter la pectina presente en el material vegetal hinchado de la etapa (i) a un tratamiento desesterificación, y
 - (iii) separar el producto de pectina desesterificada que contiene fibras,

en que el tratamiento de desesterificación en la etapa (ii) es un tratamiento alcalino que tiene un valor del pH por encima de 10,0.
2. El método según la reivindicación 1, en el que la solución acuosa no contiene un disolvente orgánico.
3. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que el material vegetal es hinchado en la solución acuosa durante 1 a 120 minutos.
4. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el material vegetal es hinchado en la solución acuosa a una temperatura en el intervalo de 0-120°C
5. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que el material vegetal es hinchado en la solución acosa proporcionado un contenido de materia seca del material vegetal en un intervalo de 1-50%.
6. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que la cantidad del al menos una sal corresponde a una concentración de sal de 1 mmol a 30 mmol por gramo de materia seca de material vegetal, como de 5 mmol a 15 mmol.
7. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que la solución acuosa es una solución acosa inorgánica.
8. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que la al menos una sal es una sal soluble en agua y neutra.
9. El método según la reivindicación 8, en el que la sal soluble en agua y/o neutra se selecciona entre el grupo que consiste en sales de sodio, sales de potasio, sales de calcio, sales de cloruro, sales de nitrato y sus mezclas.
10. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en el que el tratamiento de desesterificación se continúa durante 1 a 120 minutos.
11. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en el que el tratamiento de desesterificación se realiza a una temperatura en el intervalo de 0-120°C.
12. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en el que el tratamiento de desesterificación se realiza con un contenido de materia seca en el material vegetal en un intervalo de 1-50%.
13. El método según la reivindicación 1, en el que el estado alcalino proporcionado en la etapa (ii) es proporcionado mediante la adición de un reactivo alcalino que proporciona un pH por encima de 11, como por encima de 12, por ejemplo, por encima de 13, como 14 (por ejemplo, en el intervalo de 11-13, como en el intervalo de 11,5-12,5).
14. El método según la reivindicación 13, en el que el reactivo alcalino es al menos uno de amoníaco u otras aminas, diaminas o aminoácidos de bajo peso molecular, hidróxidos de sodio, potasio y calcio o hidróxidos de bases orgánicas, como hidróxido de tatrmetilamonio.
15. El método según la reivindicación 14, en el que la cantidad de reactivo alcalino es de 20 mmol a 80 mmol de reactivo básico por gramo de materia seca vegetal que contiene pectina.
16. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-15, en el que el material vegetal es adicionalmente sometido a un tratamiento de amidación.
17. El método según la reivindicación 16, en el que la amidación es proporcionada mediante la adición de un reactivo de amidación seleccionado entre el grupo que consiste en amoníaco u otras aminas, diaminas o aminoácidos de bajo peso molecular.
18. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 16 o 17, en el que el material vegetal hinchado obtenido en la etapa (i) es tratado con el reactivo de amidación durante 1 a 120 minutos.
19. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 16-18, en el que el material vegetal hinchado obtenido

en la etapa (i) es tratado con el reactivo de amidación a una temperatura en el intervalo de -15 a 75°C.

20. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-19, en el que el producto desesterificado que contiene fibras separadas obtenido en la etapa (iii) es sometido a al menos una etapa de lavado y/o al menos una etapa de compresión para obtener el producto de pectina que contiene fibras.
- 5 21. El método según la reivindicación 20, en el que el producto de pectina que contiene fibras lavado y/o secado es secado hasta un contenido de materia seca de al menos 90% en peso y opcionalmente es desmenuzado.
22. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 21, en el que el producto de pectina que contiene fibras tiene un grado de esterificación de 0-80, como de 0-50, por ejemplo de 2-50, como de 2-45, por ejemplo de 2-40, como de 5-50, por ejemplo, de 10-50, como de 10-40, por ejemplo, de 15-35.
- 10 23. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-22, en el que el producto de pectina que contiene fibras tiene un grado de amidación de no más de 95%, por ejemplo, no más de 75%, como no más de 60%, no más de 50%, como no más de 40%, por ejemplo, no más de 30%, como no más de 25%, por ejemplo, no más de 20%.
24. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-23, en el que el producto de pectina que contiene fibras obtenido en la etapa (iii) tiene un contenido de materia seca de al menos 1% (p/p) de la materia seca, como al menos 5% (p/p) de la materia seca, por ejemplo, al menos 10% (p/p) de la materia seca, como al menos 15% (p/p) de la materia seca, por ejemplo, al menos 25% (p/p) de la materia seca, como al menos 50% (p/p) de la materia seca, por ejemplo, al menos 75% (p/p) de la materia seca, como al menos 85% (p/p) de la materia seca, por ejemplo, al menos 95% (p/p) de la materia seca.
- 15 25. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-24, en el que el material vegetal es obtenido a partir de un material vegetal nativo en un estado fresco o seco.
26. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-25, en el que el material vegetal se selecciona entre el grupo que consiste en pulpa de patata, pulpa de remolacha azucarera, residuos de hollejo de manzanas, cortezas o pulpa de frutos cítricos como limón, naranja, mandarina lima y uva.
27. Un método para proporcionar un producto de pectina, comprendiendo dicho método las etapas de:
- 25 (i) proporcionar un sistema de reacción *in situ* hinchando el material vegetal en una solución acuosa, en que dicha solución acuosa comprende al menos una sal,
- (ii) someter la pectina presente en el material vegetal hinchado de la etapa (i) a un tratamiento de desesterificación que tiene un pH por encima de 10,0,
- (iii) separar el producto de pectina desesterificado que contiene fibras,
- 30 (iv) añadir un medio de extracción al producto de pectina que contiene fibras proporcionado una suspensión de extracción,
- (v) ajustar el pH de la suspensión de extracción a una temperatura en el intervalo de 1-12,
- (vi) ajustar la temperatura de la suspensión de extracción a una temperatura en el intervalo de 0-120°C, y
- (vii) aislar el producto de pectina de la fase acuosa del medio de extracción.
- 35 28. El método según la reivindicación 27, en el que el medio de extracción tiene un pH en el intervalo de 1-6, como en el intervalo de 2-6, por ejemplo, en el intervalo de 2-5, como en el intervalo de 3-5, por ejemplo, en el intervalo de 4-5.
29. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 27 o 28, en el que la temperatura está en el intervalo de 40-100°C, como en el intervalo de 60-80°C.
- 40 30. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 29-31, en el que el producto de pectina es aislado mediante cualquier método conocido como precipitación, extracción, centrifugación, filtración, cromatografía o secado.

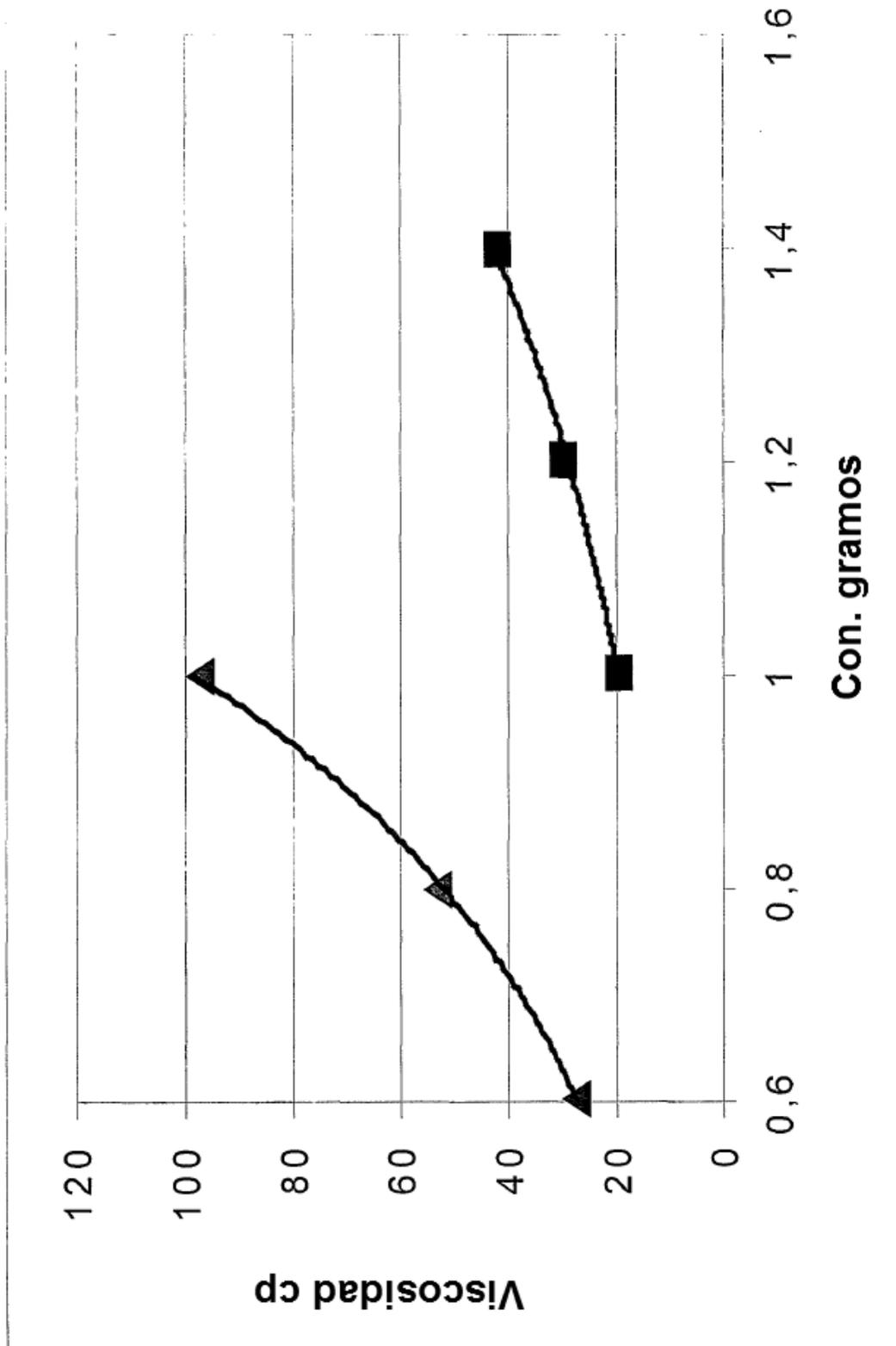


Fig. 1