

FIBRAS CÍTRICAS GELIFICANTES Y MÉTODOS DE MANUFACTURA

La tecnología descrita en esta especificación pertenece a materiales celulósicos que contienen pectina
5 derivados de pieles de cítricos. El material celulósico se modifica para que pueda formar geles fuertes cuando se dispersa en solución acuosa. También se describen métodos para modificar los materiales celulósicos, que incluyen, al menos en algunas modalidades, métodos para monitorear
10 cambios en el espectro infrarrojo del material celulósico que sucede durante una reacción de modificación para controlar la reacción y obtener productos finales capaces de elaborar geles que tienen la resistencia de gel deseada.

15 La pectina, un heteropolisacárido que es ácido galacturónico rico, se obtiene de la protopectina, un material que se asocia con las paredes celulares y las matrices de las laminas medias en las plantas (denominadas en esta especificación material celulósico
20 que contiene pectina). Las formas de pectina a partir de la hidrólisis ácida de la protopectina y la pectina es un agente espesante útil en presencia de agua, azúcar e iones de calcio. La capacidad de cierta pectina para espesar soluciones acuosas o formar geles se limita a
25 ésteres metílicos unidos a la cadena principal del polisacárido. Por lo tanto, para ampliar la utilidad

nativa de la pectina, la protopectina se extrae usando ácido y también se suele desesterificar al menos parcialmente al incubar la piel del cítrico en la solución alcalina.

5 En la técnica se describen variaciones de las reacciones de extracción básicas y de las reacciones de desertificación. Algunas variaciones elaboran material celulósico que contiene pectina. Pero siguen siendo necesarios los materiales celulósicos que contienen pectina
10 que forman geles fuertes. Esta especificación describe materiales celulósicos que contienen pectina obtenidos mediante la modificación del material celulósico que contiene pectina, preferentemente de piel del cítrico, para formar un producto que forma geles fuertes. El producto
15 comprende un componente de pectina dentro de una matriz celulósica. El producto tiene un grado definido de esterificación, un peso molecular definido y puede formar geles fuertes en solución acuosa. Si bien los principios descritos en esta especificación, generalmente, se pueden
20 aplicar a la pectina (o materiales celulósicos ricos en protopectina), en modalidades preferidas, el material se elabora de la piel del cítrico. Dentro de esta especificación, las modalidades preferidas elaboradas de fibra cítrica se denominan material de fibra cítrica
25 gelificante. En esta especificación también se describen métodos para elaborar el material de fibra cítrica

gelificante y métodos para controlar los métodos para elaborar el material de fibra cítrica gelificante.

La tecnología descrita en esta especificación puede entenderse mejor con referencia a las siguientes 5 figuras no limitantes.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La Figura 1 representa un diagrama de flujo de una modalidad de un método para elaborar una fibra cítrica gelificante. 10

La Figura 2 es un diagrama en bloque que ilustra una modalidad de un método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante y métodos para controlar el 15 método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante.

En un aspecto, esta especificación describe un material de fibra cítrica gelificante. En cualquier modalidad, un material de fibra cítrica gelificante 20 comprende un componente celulósico y un componente de pectina tiene un porcentaje de ácido galacturónico de aproximadamente 40 % a aproximadamente 50 % (% de GA), o de aproximadamente 40 % a aproximadamente 48 %, o aproximadamente 40 % a aproximadamente 46 %, o 25 aproximadamente 42 % a aproximadamente 48 %, o aproximadamente 42 % a aproximadamente 46 %, el componente

de pectina que tiene un grado de esterificación de aproximadamente 10 a aproximadamente 80 %, y el material de fibra cítrica gelificante que tiene un peso molecular de aproximadamente 50 kDa a aproximadamente 275 kDa. El material de fibra cítrica gelificante se deriva de pieles de fruta cítrica y se puede usar cualquier fruta cítrica. En algunas modalidades, la fruta cítrica se selecciona del grupo que consiste en limones, limas, naranjas y mezclas de estos. En una modalidad preferida, el material de fibra cítrica gelificante se obtiene de la piel de naranja, que puede ser de una única variedad de naranja o mezclas de variedades de naranja.

Dentro de esta especificación, la fibra cítrica gelificante que comprende un componente celulósico y un componente de pectina se refiere a material en donde el componente celulósico y el componente de pectina no son simplemente mezclas de pectina y celulosa. En cambio, el componente celulósico y el componente de pectina están asociados de alguna manera. La manera de asociación no se limita, pero al menos se refiere a alguna asociación física que sostiene el componente de pectina y el componente celulósico entre sí. En al menos algunas modalidades del material de fibra cítrica gelificante, el componente celulósico forma una matriz y al menos parte del componente de pectina está dentro de la matriz celulósica.

Esta especificación define además modalidades separadas de fibra cítrica gelificante, cada modalidad que tiene un rango definido de grado de esterificación (% de DE). En un rango, un material de fibra cítrica gelificante
5 tiene un componente de pectina que tiene un grado de esterificación de aproximadamente 30 % a aproximadamente 45 % (% de DE), o de aproximadamente 35 % a aproximadamente 45 %, o de aproximadamente 37 % a aproximadamente 45 %. En un segundo rango, un material de fibra cítrica gelificante
10 tiene un componente de pectina que tiene un grado de esterificación de aproximadamente 46 % a aproximadamente 55 % (% de DE), o de aproximadamente 47 % a aproximadamente 52 %, o de aproximadamente 47 % a aproximadamente 50 %. En un tercer rango, un material de fibra cítrica gelificante
15 tiene un componente de pectina que tiene un grado de esterificación de aproximadamente 10 % a aproximadamente 20 % (% de DE), o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 18 %, o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 15 %. En un cuarto rango, un material de fibra cítrica gelificante
20 tiene un componente de pectina que tiene un grado de esterificación de aproximadamente 60 % a aproximadamente 65 % (% de DE), o de aproximadamente 60 % a aproximadamente 63 %.

Las diversas modalidades, las fibras cítricas
25 gelificantes descritas en esta especificación se describen en un rango de pesos moleculares. En un rango,

un material de fibra cítrica gelificante tiene un peso molecular de aproximadamente 50 a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 125 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 100 kDa. En un segundo rango, un material de fibra cítrica gelificante tiene un peso molecular deseado de aproximadamente 200 kDa a aproximadamente 300 kDa, o de aproximadamente 210 kDa a aproximadamente 275 kDa, o de aproximadamente 210 kDa a aproximadamente 265 kDa, o de aproximadamente 225 kDa a aproximadamente 265 kDa, o de aproximadamente 230 kDa a aproximadamente 260 kDa. En un tercer rango, un material de fibra cítrica gelificante tiene un peso molecular deseado de 100 kDa a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 125 kDa.

El material de fibra cítrica gelificante descrito en esta especificación también se describe en la combinación de grado de esterificación y peso molecular. En un conjunto de rangos, un material de fibra cítrica gelificante tiene un componente de pectina que tiene un grado de esterificación de aproximadamente 30 % a aproximadamente 45 % (% de DE), o de aproximadamente 35 % a aproximadamente 45 %, o de aproximadamente 37 % a aproximadamente 45 %, y un peso molecular del material de aproximadamente 50 a aproximadamente 200 kDa, o de

aproximadamente 50 a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 125 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 100 kDa. En un segundo conjunto de rangos, un material de fibra cítrica gelificante tiene un componente de pectina que tiene un grado de esterificación de aproximadamente 46 % a aproximadamente 55 % (% de DE), o de aproximadamente 47 % a aproximadamente 52 %, o de aproximadamente 47 % a aproximadamente 50 %, y un peso molecular del material de aproximadamente 200 kDa a aproximadamente 300 kDa, o de aproximadamente 210 kDa a aproximadamente 275 kDa, o de aproximadamente 210 kDa a aproximadamente 265 kDa, o de aproximadamente 225 kDa a aproximadamente 265 kDa, o de aproximadamente 230 kDa a aproximadamente 260 kDa. En un tercer conjunto de rangos, un material de fibra cítrica gelificante tiene un componente de pectina que tiene un grado de esterificación de aproximadamente 10 % a aproximadamente 20 % (% de DE), o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 18 %, o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 15 %, y un peso molecular del material de 100 kDa a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 125 kDa. En un cuarto conjunto de rangos, una fibra cítrica gelificante tiene un componente de pectina que tiene un grado de esterificación de aproximadamente 60 % a aproximadamente 65 % (% de DE), o de

aproximadamente 60 % a aproximadamente 63 %, un peso molecular del material de 100 kDa a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 125 kDa.

El conjunto de grados de rangos de esterificación y rangos de peso molecular se correlaciona con rangos definidos de resistencia de gel de geles que se obtienen mediante el uso de materiales de fibra cítrica gelificante descritos. Para ilustrar estos rangos, esta especificación define geles de prueba, usando solución acuosa estandarizada, material de fibra cítrica gelificante estandarizado, y método de manufactura estandarizado. El gel de prueba es útil para comparar las resistencias de gel obtenibles, pero de cualquier otra manera es una modalidad no limitante ilustrativa de un gel elaborado a partir del material de fibra cítrica gelificante descrito en esta especificación. En un conjunto de modalidades descrito en esta especificación, un material de fibra cítrica gelificante puede formar un gel de prueba que tiene una resistencia de gel mayor de aproximadamente 200 g, o de aproximadamente 200 g a aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 225 g a aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 275 g a aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 300 g a aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 300 g a aproximadamente 400 g. En un

segundo conjunto de modalidades, un material de fibra cítrica gelificante puede formar un gel de prueba que tiene una resistencia de gel menor que aproximadamente 200 g, o de aproximadamente 100 g a aproximadamente 200 g, o de aproximadamente 110 g a aproximadamente 180 g, o de aproximadamente 125 g a aproximadamente 175 g, o de aproximadamente 130 g a aproximadamente 170 g. En un tercer conjunto de modalidades descrito en esta especificación, un material de fibra crítica gelificante puede formar un gel de prueba que tiene una resistencia de gel menor que aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 10 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 20 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 80 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 75 g.

Con referencia adicional a los conjuntos específicos de modalidades descritos en esta especificación, un material de fibra cítrica gelificante que tiene el peso molecular varía de aproximadamente 50 a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 125 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 100 kDa, y que tiene un componente de pectina que tiene un grado de rango de esterificación de aproximadamente 30 % a aproximadamente 45 % (% de DE), o de

aproximadamente 35 % a aproximadamente 45 %, o de
aproximadamente 37 % a aproximadamente 45 % puede formar un
gel de prueba que tiene una resistencia de gel mayor de
aproximadamente 200 g, o de aproximadamente 200 g a
5 aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 225 g a
aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 275 g a
aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 300 g a
aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 300 g a
aproximadamente 400 g.

10 En otro conjunto de modalidades, descritos en
esta especificación, un material de fibra cítrica
gelificante que tiene un rango de peso molecular mayor de
aproximadamente 200 kDa a aproximadamente 300 kDa, o de
aproximadamente 210 k Da a aproximadamente 275 kDa, o de
15 aproximadamente 210 kDa a aproximadamente 265 kDa, o de
aproximadamente 225 kDa a aproximadamente 265 kDa, o de
aproximadamente 230 kDa a aproximadamente 260 kDa y que
tiene un componente de pectina que tiene un grado de
esterificación de aproximadamente 46 % a aproximadamente
20 55 % (% de DE), o de aproximadamente 47 % a aproximadamente
52 %, o de aproximadamente 47 % a aproximadamente 50 % y
puede formar un gel de prueba que tiene una resistencia de
gel menor que aproximadamente 200 g, o de aproximadamente
100 g a aproximadamente 200 g, o de aproximadamente 110 g a
25 aproximadamente 180 g, o de aproximadamente 125 g a

aproximadamente 175 g, o de aproximadamente 130 g a aproximadamente 170 g.

En aún otro conjunto de modalidades descrito en esta especificación, un material de fibra cítrica
5 gelificante que tiene un peso molecular de 100 kDa a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 125 kDa y un componente de pectina que tiene un grado de esterificación de aproximadamente 10 %
10 a aproximadamente 20 % (% de DE), o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 18 %, o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 15 %; y puede formar un gel de prueba que tiene una resistencia de gel menor que aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 10 g a aproximadamente 100 g,
15 o de aproximadamente 20 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g, a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 80 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 75 g.

En aún otro conjunto de modalidades descrito en esta especificación, un material de fibra cítrica
20 gelificante que tiene un peso molecular de 100 kDa a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 125 kDa, y un componente de pectina que
25 tiene un grado de esterificación de aproximadamente 60 % a aproximadamente 65 % (% de DE), o de aproximadamente

60 % a aproximadamente 63 %, y puede formar un gel de prueba que tiene una resistencia de gel menor que aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 10 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 20 g a 5 aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 80 g, de aproximadamente 25 g a aproximadamente 75 g.

Los materiales de fibra cítrica gelificante 10 descritos en esta especificación son útiles para modificar la textura de una composición, que incluye composiciones para usos industriales, usos para el cuidado del hogar, usos para el cuidado personal u otros usos no comestibles, o son útiles en composiciones alimenticias. El uso de un 15 material de fibra cítrica gelificante para modificar la textura de una composición o composición alimenticia incluye el uso del material de fibra cítrica gelificante para formar un gel o una composición que comprende un gel. Cualquier modalidad de un material de fibra cítrica 20 gelificante descrito en esta especificación es útil para modificar la textura de una composición o composición alimenticia. En cualquier modalidad descrita en esta especificación, se usa una fibra cítrica gelificante como un agente gelificante o para formar un gel en una 25 composición o una composición alimenticia. Las fibras cítricas gelificantes descritas en esta especificación se

pueden usar en cualquier cantidad deseable, pero más comúnmente se usan en cantidades de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 10 % o de 0,5 % a aproximadamente 5 % de la composición o de aproximadamente 1,5 % a 4,5 %, o de
5 aproximadamente 2,5 % a aproximadamente 3,5 %.

Esta especificación también describe composiciones y composiciones alimenticias que comprenden un material de fibra cítrica gelificante usado en cualquier cantidad. En modalidades preferidas, una
10 composición alimenticia descrita en esta especificación incluye un material de fibra cítrica gelificante en una cantidad de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 10 % (en peso de la composición) o de 0,5 % a aproximadamente 5 %, o de aproximadamente 1,5 % a 4,5 %, o de
15 aproximadamente 2,5 % a aproximadamente 3,5 %. En cualquier modalidad descrita en esta especificación, una composición o una composición alimenticia incluye un material de fibra cítrica gelificante como se describe en cualquier modalidad de esta especificación y un segundo
20 ingrediente. En cualquier modalidad descrita en esta especificación, una composición o una composición alimenticia incluye una fibra cítrica gelificante y un ingrediente acuoso. En cualquier modalidad descrita en esta especificación, una composición o una composición
25 alimenticia incluye un material de fibra cítrica gelificante, un ingrediente acuoso y al menos otro

ingrediente. En cualquier modalidad descrita en esta especificación, una composición alimenticia incluye una fibra cítrica gelificante y un ingrediente acuoso comestible. En cualquier modalidad descrita en esta
5 especificación, una composición alimenticia incluye un material de fibra cítrica gelificante, un ingrediente acuoso comestible, y al menos otro ingrediente comestible.

En cualquier modalidad de una composición
10 alimenticia descrita en esta especificación incluye el material de fibra cítrica gelificante y cualquier segundo ingrediente usado en composiciones alimenticias. En cualquier modalidad descrita en esta especificación, una composición alimenticia incluye un almidón, pero no se
15 limita a, almidón de maíz, almidón de tapioca, almidón de chícharo, almidón de haba, almidón de lenteja, almidón de garbanzo, almidón de tapioca, almidón de papa, y almidón de sagú, así como variantes de tales almidones con alto contenido de amilosa y bajo contenido de amilosa. Estos
20 almidones también pueden estar dentro de harinas y comidas que incluyen harina de trigo, harina de tapioca, harina de arroz y harina de maíz. Los almidones útiles pueden ser modificados o no modificados. Los almidones modificados pueden reticularse incluso mediante el uso de
25 fosfato o adipato, o pueden estabilizarse incluso mediante hidroxipropilación y acetilación. El almidón

útil puede convertirse o hidrolizarse usando
cizallamiento, enzima, químicos, ácido, u oxidación. El
almidón también puede modificarse de manera útil mediante
oxidación con fines distintos a la hidrólisis. El almidón
5 útil puede modificarse físicamente, tal como mediante
inhibición térmica, recocado o tratamientos de calor y
humedad. El almidón modificado y no modificado puede
pregelatinizarse o de cualquier otra manera hacerse
soluble en agua fría.

10 En cualquier modalidad, una composición
alimenticia que incluye un material de fibra cítrica
gelificante descrito en esta especificación además puede
comprender un edulcorante. Los edulcorantes útiles
incluyen dextrosa, alulosa, tagatosa, fructosa, glicerol,
15 sacarosa, eritritol, rebaudiósidos (A, B, J, M, etc.), y
glucósidos de estevia glucosilados, y jarabes de maíz que
incluyen jarabes de maíz con alto contenido de fructosa.
Los edulcorantes pueden proporcionarse en forma sólida, o
en polvo, o líquida, o de jarabe.

20 En cualquier modalidad, una composición
alimenticia que incluye un material de fibra cítrica
gelificante como se describe en esta especificación puede
comprender además una goma o un material similar a la
goma. Las gomas útiles y materiales similares a las gomas
25 incluyen almidones gelificantes, goma arábiga, goma

xantana, goma de tara, konjac, carragenina, goma de algarrobo, goma gellan, goma guar, y mezclas de estos.

En cualquier modalidad, una composición alimenticia que incluye un material de fibra cítrica
5 gelificante descrito en esta especificación además puede comprender un aceite, o grasa, o ingrediente acuoso. Los aceites útiles incluyen aceites vegetales tales como aceite de maíz, aceite de oliva, aceite de canola, aceite de girasol, aceite de colza, aceite de palma, aceite de coco.
10 Las grasas útiles (distintas de los aceites vegetales) incluyeron grasas animales y grasas lácteas. Los ingredientes acuosos útiles incluyen agua, leche, jarabes u otros líquidos que contienen carbohidratos, o líquidos ácidos o líquidos básicos.

15 En cualquier modalidad, una composición alimenticia que incluye un material de fibra cítrica gelificante descrito en esta especificación puede comprender además varios otros saborizantes, condimentos y colorantes comúnmente usados en una composición
20 alimenticia.

En cualquier modalidad, una composición alimenticia que incluye un material de fibra cítrica gelificante es cualquier composición alimenticia. En cualquier modalidad, una composición alimenticia que
25 incluye una fibra cítrica gelificante es una composición alimenticia gelificada. En cualquier modalidad, una

composición alimenticia que incluye un material de fibra cítrica gelificante se selecciona del grupo que comprende (pero no se limita a) cereales, pan y productos de pan, queso y productos que imitan queso, condimentos, productos de confitería, aderezos que incluyen aderezos para verter y aderezos para cucharas, rellenos de tartas que incluyen rellenos de fruta (y otras preparaciones de fruta similares, ya sea usados en las tartas) y rellenos de crema, salsas, que incluyen salsas blancas y salsas a base de lácteos tales como salsas de queso, salsas de cocción, jarabes de imitación y bajos en calorías, pudines, natillas, yogures, cremas agrias, pastas, bebidas que incluyen bebidas a base de lácteos, glaseados, sopas y alimentos para bebés.

En otro aspecto, esta especificación también describe métodos para elaborar un material de fibra cítrica gelificante que se ajusta a cualquier modalidad descrita en esta especificación. Dentro de esta especificación, cualquier modalidad de un método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante como se describe comprende: mezclar una piel del cítrico triturada que comprende un componente de pectina y un componente celulósico con una solución ácida para obtener una piel cítrica lavada con ácido; mezclar la piel del cítrico lavada con ácido con una solución alcalina para reducir el grado de esterificación (% de DE) del

componente de pectina obteniendo de esta manera la piel cítrica desesterificada; recuperar la piel del cítrico desesterificada para obtener el material de fibra cítrica gelificante.

5 Otra modalidad de un método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante se representa, como un diagrama de flujo, en la Figura 1. La piel del cítrico se tritura mediante cualquier método adecuado y se puede obtener como una materia prima a partir de una piel seca
10 o una piel fresca. Los pieles se pueden rehidratar antes o después de molerlas, y la rehidratación antes de la etapa ácida es opcional. Con referencia a la Figura 1, el proceso comienza con la piel seca que se muele en seco hasta el tamaño deseado en una etapa (11). La piel molida
15 del cítrico se rehidrata en un etapa (12) usando agua o solución acuosa. El piel del cítrico triturada y rehidratada se lava con ácido en la etapa (13) y el ácido se elimina de la piel del cítrico en la etapa de enjuague con agua (14). El material lavado con ácido es el sujeto
20 a una incubación alcalina que reduce el grado de esterificación para “desesterificar” la piel del cítrico lavada con ácido en una etapa (15). La piel del cítrico desesterificada (que es la fibra cítrica gelificante) después se lava en una etapa de lavado con alcohol (16),
25 preferentemente tres veces, y la etapa de secado en seco (17) para recuperar el producto final.

Las variaciones en el proceso anterior son posibles, por ejemplo, el lavado con alcohol es útil para reducir el contenido de ceniza o el contenido de sales de la fibra cítrica gelificante, pero no es estrictamente
5 necesario para obtener un material de fibra cítrica gelificante que pueda formar geles de la resistencia de gel deseada. Como tal, el número de veces que el material de fibra cítrica gelificante se lava se puede ajustar como sea necesario para obtener el contenido deseado de ceniza
10 o sal.

Notablemente, en una modalidad preferida, el lavado con ácido se realiza en una solución acuosa (no una solución de alcohol ácido). La pectina, siendo soluble en agua, requiere que se tenga cuidado de reducir
15 la cantidad de pectina que se lava fuera del material celulósico durante el lavado con ácido. Por ejemplo, como se describe a continuación, el ácido se aplicó a una temperatura, un pH y durante un tiempo, de tal manera que la pectina sustancial que se mantuvo asociada con la
20 fibra cítrica gelificante después de las etapas de lavado con ácido y enjuague con agua.

Como se describe en esta especificación, el material de fibra cítrica gelificante se puede describir con referencia a su peso molecular. Tanto el lavado con
25 ácido como la incubación alcalina pueden contribuir a reducir el peso molecular de la materia prima para

obtener el peso molecular deseado de la fibra cítrica gelificante. Sin embargo, preferentemente, la incubación alcalina se controla para que no altere sustancialmente además el peso molecular del material en comparación con la piel del cítrico lavada con ácido. En otras palabras, preferentemente, la mayor parte de la reducción del peso molecular de la piel del cítrico se produce para obtener la fibra cítrica gelificante durante la etapa de lavado con ácido. En cuanto a condiciones de reacción específicas, en cualquier modalidad descrita en esta especificación, una piel del ácido triturada se mezcla con una solución ácida que tiene un pH menor que 3, o de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 2,5. En cualquier modalidad de un material de fibra cítrica gelificante descrito en esta especificación, la piel del ácido triturada se mezcla con una solución ácida durante menos que aproximadamente 90 minutos, o menos que aproximadamente 60 minutos, o de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 90 minutos, o de aproximadamente 30 a aproximadamente 90 minutos, o de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 60 minutos, o de aproximadamente 30 a aproximadamente 60 minutos. Los rangos de modalidades del material de fibra cítrica gelificante se pueden obtener sometiendo la piel del cítrico al lavado con ácido durante un tiempo más estrecho definido. En un rango de modalidades, en un

método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante, se mezcla piel del ácido triturada con una solución ácida durante aproximadamente de 10 minutos a aproximadamente 30 minutos. En otro conjunto de 5 modalidades de un método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante, se mezcla piel del ácido triturada con una solución ácida de aproximadamente 30 minutos a aproximadamente 50 minutos. En un tercer conjunto de modalidades de un método para elaborar un 10 material de fibra cítrica gelificante, se mezcla piel del ácido triturada con una solución ácida de aproximadamente 50 minutos a aproximadamente 70 minutos. Los ácidos útiles para crear una solución ácida incluyen cualquier ácido de grado alimenticio capaz de producir una solución 15 que tenga el pH deseado e incluye, pero no se limita a, ácidos minerales tales como ácido clorhídrico.

En cualquier modalidad de un método para elaborar un material de fibra cítrico gelificante descrito en esta especificación, mezclar una piel del 20 ácido triturada con una solución ácida forma una piel del cítrico lavada con ácido. En cualquier modalidad de un método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante descrito en esta especificación, después de mezclar una piel del cítrico triturada con una solución 25 ácida, el método incluye la extracción de agua, mediante cualquier medio adecuado, una piel cítrica lavada con

ácido que incluye, por ejemplo, centrifugación y filtración.

Se hace reaccionar además la piel del cítrico lavada con ácido en una solución alcalina (dentro de esta especificación, el producto resultante se denomina “piel del cítrico desesterificada”). Como se indica, la incubación alcalina puede reducir además el peso molecular de la piel del cítrico lavada con ácido, pero en modalidades preferidas se diseña de manera que el cambio de peso molecular relativo sea menor (de piel del cítrico a la piel del cítrico incubado con ácido en comparación con la piel del cítrico lavada con ácido a piel del cítrico desesterificada). En cualquier modalidad, durante la incubación alcalina, se mezcla una piel del cítrico lavada con ácido con una solución alcalina (solución acuosa) a una temperatura elegida y a un pH elegido para reducir de manera controlada el grado de esterificación de la piel del cítrico lavada con ácido. En modalidades, el pH de la incubación alcalina es mayor que aproximadamente 8 o mayor que aproximadamente 8,5, de manera que la desesterificación puede ocurrir pero es menor que 11 de manera que la desesterificación se pueda controlar para obtener un grado de esterificación deseado. En una modalidad preferida, el pH de la incubación alcalina es de aproximadamente 9 a aproximadamente 10.

La temperatura también es importante para controlar la velocidad de la reacción de desesterificación. En una amplio rango de modalidades, la temperatura de la reacción de desesterificación es de
5 aproximadamente 1 °C a aproximadamente 30 °C. Dentro de este rango, las temperaturas se eligen basadas en el grado de esterificación del rango diana previsto para el producto final. En un rango de modalidades, se mezcla una piel del cítrico lavada con ácido con una solución
10 alcalina a una temperatura de aproximadamente 1° a aproximadamente 10 °C, o de aproximadamente 3 °C a aproximadamente 7 °C para reducir el grado de esterificación. En otro rango de modalidades para elaborar un material de fibra cítrica gelificante, se
15 mezcla una piel del cítrico lavada con ácido con una solución alcalina a una temperatura de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 20 °C o de aproximadamente 12 °C a aproximadamente 17 °C para reducir el grado de esterificación. En un tercer conjunto de modalidades, un
20 método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante, una piel del cítrico lavada con ácido se mezcla con una solución alcalina a una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 30 °C o de aproximadamente 22 °C a aproximadamente 27 °C. En
25 cualquier modalidad de un método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante descrito en esta

especificación, mezclar una piel del cítrico lavada con ácido con una solución alcalina obtiene un material que incluye un componente celulósico y un componente de pectina desesterificado. Después de la incubación
5 alcalina para reducir el grado de esterificación del componente de pectina, la piel del cítrico desesterificada se recupera usando un medio común en la técnica, tal como secado, filtración, centrifugación, y mezclas de estos.

10 En al menos algunas modalidades, descritas en la presente descripción, un método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante incluye lavar una piel del cítrico desesterificada usando un solvente orgánico, preferentemente, alcohol. El material puede lavarse más
15 de una vez, por ejemplo, dos veces o tres veces o más. La etapa de lavado no es estrictamente necesaria, pero reduce el contenido de sal o ceniza del producto final. Después de lavar el material, el solvente se elimina usando cualquier método adecuado que incluye la
20 centrifugación, filtración y evaporación y mezclas de estos. Como se indica, preferentemente, el solvente orgánico es alcohol, y mientras que puede usarse cualquier solvente orgánico de grado alimenticio, un solvente preferido es etanol.

25 En otro aspecto, esta especificación describe métodos para monitorear una reacción química que

involucra un material que comprende un componente de pectina y un componente celulósico para obtener un material de fibra cítrica gelificante. Las reacciones se monitorean usando espectroscopía infrarroja (“IR”) y la
5 espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (“FTIR”) preferible y se basa en cambios en los rangos clave de números de onda que ocurren durante una o más etapas de un método para obtener un material de fibra cítrica gelificante. Por ejemplo, en al menos algunas
10 modalidades descritas en esta especificación, un conjunto de reacciones químicas para modificar el componente celulósico y el componente de pectina de la piel del cítrico incluye una etapa de lavado con ácido que reduce el peso molecular del material de partida. En otro
15 ejemplo, en al menos algunas modalidades descritas en esta especificación, un conjunto de reacciones químicas para modificar el componente celulósico y el componente de pectina de la piel del cítrico incluye una incubación alcalina que desesterifica la piel del cítrico. En otro
20 ejemplo, el material de fibra cítrica gelificante comprende un componente de pectina medido por el porcentaje de ácido galacturónico y los cambios de ácido galacturónico se miden, por ejemplo, durante uno o más del lavado con ácido, la incubación alcalina y el lavado
25 con alcohol.

En modalidades preferidas, se monitorean los cambios espectrales infrarrojos de la incubación alcalina, y la desesterificación se puede controlar para obtener un grado de esterificación deseado. En una modalidad, esta especificación describe un método para medir una reacción química que involucra un material que comprende un componente de pectina y un componente celulósico, el método que comprende registrar un espectro del material; y evaluar el espectro contra un modelo que correlaciona el espectro contra un segundo parámetro de uno o más del componente de pectina o componente celulósico, en donde el espectro se evalúa al menos un rango de números de onda seleccionado del grupo que consiste en: un rango de onda de aproximadamente 1400 a aproximadamente 850 cm^{-1} , uno o más rangos de números de onda seleccionados del grupo que consiste en (A) aproximadamente 1400 a 1050 cm^{-1} , (B) 1050 a 975 cm^{-1} , (C) 975 a 875 cm^{-1} , y (D) 875 y aproximadamente 850 cm^{-1} , y uno o más rangos de números de onda seleccionados del grupo que consiste en (A) aproximadamente 1095 a aproximadamente 1070 cm^{-1} , (B) aproximadamente 1050 a aproximadamente 1020 cm^{-1} , (C) aproximadamente 975 a aproximadamente 895 cm^{-1} , y (D) aproximadamente 875 a aproximadamente 845 cm^{-1} en donde, preferentemente, la reacción química convierte el material en una fibra cítrica gelificante.

Con referencia a los rangos de números de onda usados para elaborar el modelo. El modelo se puede crear registrando o midiendo un rango más amplio de números de onda. Por ejemplo, un modelo se puede construir mediante el
5 monitoreo de números de onda entre 3500-650 cm^{-1} o incluso rangos más amplios. Los rangos de números de onda más estrechos, tales como los descritos anteriormente, se seleccionan basado en qué tan bien se pueden usar para desarrollar un modelo para predecir un parámetro de interés
10 en el material de fibra cítrica gelificante.

Con referencia a la etapa de registrar un espectro del material y evaluar el espectro contra un modelo que correlaciona el espectro con un segundo parámetro del componente de pectina, el segundo parámetro
15 puede ser cualquier parámetro útil que pueda correlacionarse con un cambio en el espectro medible usando espectroscopía infrarroja, tales parámetros incluyen el porcentaje de ácido galacturónico, o el grado de esterificación, o el peso molecular del material de
20 fibra cítrica gelificante. En una modalidad preferida, el segundo parámetro es el grado de esterificación. El grado de esterificación se puede medir usando procesos de titulación descritos, por ejemplo, por Schultz (1965)
("Determination of the degree of esterification of pectin,
25 determination of the ester methoxyl content of pectin by saponification and titration. Determination of the

anhydro uronic acid content by decarboxylation and titration of the liberated carbon dioxide.” En: Whistler RL, Wolfrom ML (eds) Methods in carbohydrate chemistry, vol 5. Academic Press, New York) and Lin et al. (1990)

5 (“Quantification of methyl ester content of pectin by pectinesterase.” Botanical Bulletin of Academia Sinica: Vol 31. Página 273 - 278 Son posibles variaciones de estos métodos, y el método se puede adaptar a necesidades específicas. Generalmente, tal como se usa en esta

10 especificación, el método se puede dividir en dos partes: (1) lavado del material y (2) doble titulación. El lavado de la muestra elimina cualquier sal, azúcares y contraiones usando alcohol ácido para asegurar que toda la pectina esté en la forma esterificada o presente como

15 ácido libre. La primera titulación se usa para determinar los grupos de ácido libre y la solución neutra se puede usar después en el segundo método de titulación propuesto por Schultz (1965). Se describe un proceso de titulación detallado útil para medir el grado de esterificación en

20 la sección de métodos de la especificación.

Se puede desarrollar un modelo que correlaciona un espectro infrarrojo y un segundo parámetro usando cualquier proceso adecuado. En una modalidad, las muestras de una mezcla de reacción química se analizan en

25 tiempos definidos. A estos tiempos se midieron tanto el segundo parámetro como los espectros. Las muestras se

correlacionan usando un análisis estadístico que correlaciona los cambios en el parámetro con cambios en los espectros. En al menos una modalidad, se obtiene un amplio rango muestras desesterificadas. Aunque se puede
5 usar cualquier número de muestras para desarrollar un modelo, se desarrollan modelos más precisos con más muestras. Con referencia a un modelo que correlaciona los cambios en los espectros de IR con grado de esterificación medido, el grado de esterificación se
10 puede medir mediante el uso de un método de titulación y análisis estadístico, por ejemplo, un modelo de regresión de mínimos cuadrados parciales se puede usar para correlacionar espectros con el grado de esterificación. Se pueden usar y/o modificar otros algoritmos de
15 regresión con el experto en la técnica para construir modelos útiles para monitorear las reacciones descritas en la presente descripción que incluyen la regresión principal del componente, regresión multilíneal, o redes neuronales.

20 Se pueden registrar los espectros para producir un modelo o predecir el valor de un parámetro deseado de material de fibra cítrica gelificante, por ejemplo, grado de esterificación, usando una sonda en un recipiente de reacción. Se puede configurar la sonda para medir
25 espectros y enviar los espectros medidos a un medio de medición para usar en la producción del modelo o predecir

el parámetro deseado de un material de reacción, por ejemplo, un componente celulósico o componente de pectina. En diversas modalidades, un parámetro de la reacción química que se monitorea puede alterarse basado en el valor previsto de un parámetro del material de reacción. Por ejemplo, en una modalidad preferida, un medio de cálculo predice el grado de esterificación de un componente de pectina durante una desesterificación alcalina al comparar al menos parte de un espectro medido tomado de una sonda en el recipiente de reacción de desesterificación a un modelo de desesterificación. Si el grado de esterificación previsto coincide con un grado de esterificación deseado, el medio de cálculo puede indicar un medio de control para detener la reacción de desesterificación, por ejemplo, al reducir el pH en el recipiente de reacción para detener la reacción de desesterificación.

En la Figura 2, se representa un diagrama en bloque de una modalidad de un proceso para monitorear y controlar un proceso para elaborar una fibra cítrica gelificante. Con referencia a un proceso (20) para elaborar un material de fibra cítrica gelificante, se proporciona materia prima en una etapa (21), la materia prima se modifica en una etapa de reacción (22), y se recupera un producto final en una etapa (23). En una modalidad, la etapa de reacción se caracteriza por

combinar una o más de una etapa de lavado con ácido, una etapa de desesterificación, y una etapa de lavado con alcohol. En una modalidad, la etapa de reacción se caracteriza por combinar una o más etapas para reducir el peso molecular de una materia prima, y una o más etapas para esterificar una materia prima.

Con referencia adicional a la Figura 2, el proceso para monitorear un proceso para obtener un material de fibra cítrica gelificante comprende el monitoreo (30), la reacción mediante una etapa de monitoreo IR (infrarrojo) *in situ* (31), etapa de procesamiento de datos (32), un etapa de modelado (33), etapa de predicción de DE (grado de esterificación) (34), y una etapa de control de proceso (35). En la aplicación, estas etapas se pueden mezclar o superponer o combinar en menos etapas. Generalmente, y en referencia a las etapas descritas en la Figura 1, se monitorea y registra el espectro IR. Los datos IR se procesan para al menos obtener un espectro IR que se puede correlacionar con un modelo de predicción de DE, que permite predecir el grado de esterificación del material de reacción en el momento de la medición. Mediante el uso del DE previsto, el proceso se puede controlar ajustando al menos un parámetro de la reacción, por ejemplo, ajustando el pH de la reacción para detener la desesterificación.

En otras modalidades, se pueden registrar espectros para producir un modelo o predecir un parámetro deseado de un material de fibra cítrica gelificante, por ejemplo, grado de esterificación, a partir de una muestra
5 obtenida durante una reacción química. En tales modalidades, se extraen muestras del fluido de reacción, y el material de partida modificado se recupera y se coloca en una sonda para medir su espectro. Después, el espectro medido se usa para desarrollar un modelo de predicción o
10 el modelo de predicción se aplica calculando medios para usar el espectro IR para predecir el grado de esterificación. Si bien las muestras que se recolectan de esta manera no son en tiempo real, en comparación con los métodos de titulación para calcular el grado de
15 esterificación, el modelo de predicción es un medio más rápido y menos intensivo químicamente para determinar el grado de esterificación de una muestra.

La maquinaria y los medios para correlacionar espectros con valores medidos de un parámetro para
20 predecir un valor del parámetro deseado a partir del modelo, o para controlar una reacción química incluyen cualquier dispositivo o sistema de procesamiento adecuado, que incluye computadoras, microprocesadores, y sistemas informáticos distribuidos. La maquinaria y
25 medios para comunicar espectros, predicciones de parámetros, o señales de control basadas en los espectros

o predicciones (tal comunicación que se encuentra para cualquier propósito) incluyen medios de comunicaciones cableados e inalámbricos usando cualquier protocolo de comunicación.

5 Los ejemplos no limitantes y la descripción adicional de estos medios incluyen maquinaria que tiene interfaz humana-máquina (HMI, por sus siglas en inglés), que puede ser parte integral del sistema, o puede alojarse generalmente como parte de cualquier computadora
10 y/o dispositivo de procesamiento. Si incluye una HMI, los ejemplos no limitantes de tal dispositivo, medio o maquinaria pueden ser unidades de procesamiento central solas o en tabletas, teléfonos, dispositivos portátiles, computadoras portátiles, pantallas de usuario, o
15 generalmente cualquier otro dispositivo informático capaz de permitir la entrada, proporcionar opciones, y mostrar la salida de funciones electrónicas. Una unidad central de procesamiento (CPU, por sus siglas en inglés), también denominada procesador central o procesador principal, es
20 el circuito electrónico dentro de una computadora que lleva a cabo las instrucciones de un programa informático al realizar las operaciones aritméticas, lógicas, de control y entrada/salida (E/S) especificadas por las instrucciones. Aún otros ejemplos incluyen un
25 microprocesador, un microcontrolador, u otro dispositivo programable adecuado y una memoria. El controlador

también puede incluir otros componentes y puede implementarse parcial o completamente en un chip semiconductor (p. ej., una matriz de puertas lógicas programable en campo (“FPGA”, por sus siglas en inglés),
5 tal como un chip desarrollado a través de un proceso de diseño del nivel de transferencia de registro (“RTL”, por sus siglas en inglés).

Una HMI puede incorporar una pantalla, que puede ser informativa o permitir entradas, tales como una
10 interfaz de usuario (UI, por sus siglas en inglés) o una interfaz gráfica de usuario (GUI, por sus siglas en inglés). Una interfaz de usuario es cómo el usuario interactúa con una máquina. La interfaz de usuario puede ser una interfaz digital, una interfaz de línea de
15 comandos, una interfaz gráfica de usuario (“GUI”) o cualquier otra manera que un usuario pueda interactuar con una máquina. Por ejemplo, la interfaz de usuario (“UI”) puede incluir una combinación de dispositivos de entrada y/o salida digitales y analógicos o cualquier
20 otro tipo de dispositivo de entrada/salida de UI requerido para lograr un nivel deseado de control y monitoreo para un dispositivo. Los ejemplos de dispositivos de entrada y/o salida incluyen mouses informáticos, teclados, pantallas táctiles, botones,
25 diales, conmutadores, botones, etc. Las entradas recibidas de la UI pueden enviarse después a un

microcontrolador para controlar los aspectos operacionales de un dispositivo.

El módulo de interfaz de usuario puede incluir una pantalla, que puede actuar como un dispositivo de
5 entrada y/o salida. Más particularmente, la pantalla puede ser una pantalla de cristal líquido (“LCD”, por sus siglas en inglés), una pantalla de diodos emisores de luz (“LED”, por sus siglas en inglés), una pantalla LED orgánica (“OLED”), una pantalla electroluminiscente (“ELD”), una
10 pantalla emisora de electrones de conducción superficial (“SED”), una pantalla de emisión de campo (“FED”), un LCD de transistor de película delgada (“TFT”), una pantalla reflectante colestérica biestable (es decir, papel electrónico), etc. La interfaz de usuario también puede
15 configurarse con un microcontrolador para mostrar condiciones o datos asociados con el dispositivo principal en tiempo real o sustancialmente en tiempo real.

De acuerdo con cualquiera de las modalidades descritas en la especificación, una HMI u otro
20 dispositivo, medio o máquina de cálculo o control también puede incluir o estar operativamente conectado de cualquier otra manera a una memoria, que puede almacenar datos asociados con el sistema. Tales datos pueden usarse para operar el sistema en la manera variable
25 dinámicamente para incluir información y tablas pasadas,

de manera que el sistema pudiera “buscar” los datos pasados para operar más eficientemente. La memoria incluye, en algunas modalidades, un área de almacenamiento de programas y un área de almacenamiento de datos. El área de almacenamiento de programas y el área de almacenamiento de datos pueden incluir combinaciones de diferentes tipos de memoria, tales como memoria de solo lectura (“ROM”, por sus siglas en inglés, un ejemplo de memoria no volátil, lo que significa que no se pierden datos cuando no está conectado a una fuente de alimentación) o memoria de acceso aleatorio (“RAM”, por sus siglas en inglés, un ejemplo de memoria volátil, lo que significa que se perderán datos cuando no se conecta a una fuente de alimentación). Algunos ejemplos adicionales de memoria volátil incluyen RAM estática (“SRAM”), RAM dinámica (“DRAM”), DRAM síncrona (“SDRAM”), etc. Los ejemplos adicionales de memoria no volátil incluyen memoria de solo lectura programable borrable eléctricamente (“EEPROM”), memoria flash, un disco duro, una tarjeta SD, etc. En algunas modalidades, la unidad de procesamiento, tal como un procesador, un microprocesador, o un microcontrolador, está conectado a la memoria y ejecuta instrucciones de software que son capaces de almacenarse en una RAM de la memoria (por ejemplo, durante la ejecución), una ROM de la memoria (p.

ej., en una base generalmente permanente), u otro medio legible por computadora no transitorio tal como otra memoria o un disco.

La HMI, el dispositivo, medio o máquina de
5 cálculo o control si se separa o está integrada al sistema, podría alimentarse de muchas maneras. La fuente de alimentación emite una tensión particular a un dispositivo o componente o componentes de un dispositivo. La fuente de alimentación podría ser una fuente de alimentación de CC
10 (p. ej., una batería), una fuente de alimentación de CA, un regulador lineal, etc. La fuente de alimentación puede configurarse con un microcontrolador para recibir energía de otras fuentes de alimentación independientes de la red, tales como un generador o panel solar. Con respecto a las
15 baterías, se puede usar una batería de celda seca [o una batería de celda húmeda]. Adicionalmente, la batería puede ser recargable, tales como una batería de plomo-ácido, una batería de hidruro metálico de níquel de baja autodescarga (LSD-NiMH), una batería de níquel-cadmio (NiCd), una
20 batería de iones de litio, o una batería de polímero de iones de litio (LiPo). Se debe tomar una atención cuidadosa si se usa una batería de iones de litio o una batería LiPo para evitar el riesgo de ignición inesperada del calor generado por la batería. Si bien tales incidentes son
25 raros, se pueden minimizar mediante un diseño, instalación,

procedimientos y capas apropiados de protecciones de tal manera que el riesgo sea aceptable.

De acuerdo con cualquiera de las modalidades descritas en la especificación, la HMI, el dispositivo, medio o máquina de cálculo o control, así como cualquiera de los componentes de este, podría estar integrada con el sistema o podría ser independiente y separada. En cualquier sentido, uno o más componentes de la HMI, el dispositivo, medio o máquina de cálculo o control podrían incluir componentes y protocolos de red/comunicación para permitir la transferencia de información relacionada con el sistema (30) que se comunicará entre y fuera de los componentes del sistema. Esto podría incluir la transferencia de información a una red central de servidores u otra memoria que almacena información de operación particular para una revisión y uso posterior. La información también podría transferirse a uno o más dispositivos remotos para permitir el monitoreo remoto de la operación del sistema sin necesidad de estar físicamente presente. La información también podría utilizarse para el ajuste fino de la operación de una o más suboperaciones del sistema para ayudar a aumentar la eficiencia del sistema. Además, se contempla que la una o más de las ubicaciones remotas incluyen aprendizaje automático para permitir que el sistema de bucle cerrado controlado dinámicamente sea automejorado.

De acuerdo con cualquiera de las modalidades descritas en la especificación, la red es, a manera de ejemplo solamente, una red de área amplia (“WAN”, por sus siglas en inglés) tal como una red a base de TCP/IP o una red celular, una red de área local (“LAN”, por sus siglas en inglés), una red de área de vecindario (“NAN”, por sus siglas en inglés), una red de área doméstica (“HAN”, por sus siglas en inglés), o una red de área personal (“PAN”, por sus siglas en inglés) que usa cualquiera de una variedad de protocolos de comunicaciones, tales como Wi-Fi, bluetooth, ZigBee, comunicación de campo cercano (“NFC”, por sus siglas en inglés), etc., aunque otros tipos de redes son posibles y se contemplan en la presente. La red típicamente permite la comunicación entre el módulo de comunicaciones y la ubicación central durante los momentos de conexiones de baja calidad. Las comunicaciones a través de la red se pueden proteger usando una o más técnicas de cifrado, tales como aquellas técnicas proporcionadas en el estándar IEEE 802.1 para la seguridad de red basada en puertos, clave precompartida, protocolo de autenticación extensible (“EAP”, por sus siglas en inglés), privacidad equivalente pareada (“WEP”, por sus siglas en inglés), protocolo de integridad temporal (“TKIP”, por sus siglas en inglés), acceso protegido por Wi-Fi (“WPA”, por sus siglas en inglés), y lo similar.

De acuerdo con cualquiera de las modalidades descritas en la especificación, un dispositivo, tal como la HMI podría incluir uno o más puertos de comunicaciones tales como Ethernet, Accesorio de tecnología avanzada en serie (“SATA”, por sus siglas en inglés), bus serie universal (“USB”, por sus siglas en inglés), o electrónica de unidad integrada (“IDE”, por sus siglas en inglés), para transferir, recibir o almacenar datos.

Los métodos y composiciones de esta especificación se han descrito con referencia a las modalidades preferidas elaboradas de material de partida de piel del cítrico. Los métodos también pueden aplicarse a otros materiales celulósicos que contienen pectina para obtener composiciones que tienen el grado de esterificación, contenido de pectina y/o peso molecular descritos en esta especificación. En el sentido más amplio, sustancialmente todas las plantas comprenden material celulósico que contiene pectina, aunque algunos pueden no ser materiales de partida adecuados porque tienen un contenido de pectina (% de GA) que está fuera de los rangos descritos en esta especificación. Las frutas y vegetales enteros o triturados de material de partida útiles, hollejo de la creación de purés de manzana, frutas tipo piedra como, duraznos, damascos, nectarinas, bayas, tales como arándanos, fresas, frambuesas, bayas negras, raíces tales como zanahorias y otras frutas y vegetales similares,

componentes sin piel de frutas cítricas, tales como vesículas, fibra de otras fuentes vegetales tales como de cáscaras o semillas de leguminosas (incluidos guisantes, lentejas, habas y garbanzos), residuos de fibra de la
5 manufactura de almidón, tales como piel de papa, piel de tapioca, piel de maíz, salvado de arroz, etc. Fibra de hojas de plantas o restos de hoja de plantas recolectadas para otros propósitos tales como hojas de la planta de stevia.

10 Las modalidades de material de fibra gelificante, material de fibra cítrica gelificante, métodos para elaborar tal material y método para monitorear reacciones para elaborar tales materiales se pueden entender mejor con referencia a las siguientes definiciones.

15 La referencia en esta especificación a un “componente celulósico” significa un componente de un material gelificante o material de fibra cítrica gelificante compuesto por paredes celulares o fragmentos de pared celular de una planta o parte de planta, por
20 ejemplo, la piel del cítrico. Aunque no se limita a ningún fragmento particular de una pared celular, se espera que el componente celulósico comprenda uno o más de celulosa, fragmentos de celulosa, y hemicelulosa.

La referencia en esta especificación a una
25 “matriz celulósica” significa un componente celulósico

que forma una estructura o medio que comprende al menos parcialmente un componente de pectina.

La referencia en esta especificación a un “componente de pectina” o “pectina” significa un
5 polisacárido rico en ácido galacturónico que es una o más de la protopectina, pectina, y ácido péctico y que está asociada con un componente celulósico o está al menos parcialmente dentro de una matriz celulósica. El componente de pectina se puede caracterizar por referencia a su
10 porcentaje de ácido galacturónico (“% de GA”) en relación con el material gelificante. El % de GA se usa como un indicador del contenido total de pectina del material de fibra cítrica gelificante o como un indicador del porcentaje del material de fibra cítrica gelificante que es
15 el componente de pectina.

La referencia en esta especificación a “desesterificación” y sus variantes gramaticales significa una reacción química que elimina al menos algunos de los grupos de éster metílico de un componente
20 de pectina o pectina en comparación con una materia prima. Si bien un componente de pectina se puede desesterificar para prácticamente no tener grupos de éster metílico, preferentemente, como se describe en esta especificación, los componentes de pectina
25 desesterificados tienen un grado sustancial de esterificación.

Las fibras cítricas gelificantes se pueden evaluar por su capacidad para formar un gel que tenga una resistencia de gel definida. Para fines de comparación, todas las resistencias de gel se miden usando un “gel de prueba” de una solución acuosa definida usando un método definido. La referencia en esta especificación a un “gel de prueba” se refiere a geles elaborados usando la siguiente fórmula y método.

Dentro de esta especificación, los geles de prueba se elaboran usando la fórmula de la Tabla 1.

Tabla 1

Fórmula de gel de prueba

Ingrediente	Fracción (%)
Material de fibra cítrica gelificante	1,98
Agua de grifo filtrada 1	54,40
Hexametáfosfato de sodio, granular de grado técnico (NaPO ₃) ₆	0,05
Azúcar	29,67
Ácido clorhídrico, 10 %	0,25 (o según sea necesario)
Fosfato de hidrógeno de calcio, anhidro, 98 % mínimo	0,20
Agua de grifo filtrada 2	4,95
Glucono-delta-lactona (ácido glucónico D lactona)	1,09
Agua de grifo filtrada 3	6,18
Agua de grifo filtrada 4	1,24
Total	100

Dentro de esta especificación, se elaboran geles usando el siguiente método. Se observa que el agua de grifo filtrada 1 a 4 se refiere a añadir agua de grifo

filtrada en cuatro momentos diferentes en el proceso en la cantidad dicha, de cualquier otra manera, no hay diferencia en el agua de grifo filtrada 1 a 4. El filtro es un producto para beber estándar. El agua de grifo filtrada 1 se pesa y se coloca en un vaso de precipitados de plástico con una barra de agitación. La fibra se pesa y dispersa mientras se agita en el agua de grifo filtrada 1. La mezcla se agita durante aproximadamente 15 minutos. Se pesan hexametáfosfato de sodio y azúcar, y se añaden a la dispersión. Después, se ajusta el pH de la mezcla (según sea necesario) a pH 4 usando ácido clorhídrico, gota a gota, usando una pipeta plástica. Después, la mezcla se transfiere a un vaso de precipitados de acero inoxidable pesado previamente (600 ml) y se calienta en el baño de agua mientras se agita hasta 70-80 °C. La mezcla se mantiene en el baño durante 10 minutos después de alcanzar la temperatura establecida.

En un vaso de precipitados de plástico separado, se mezclan juntos el agua de grifo filtrada pesada previamente 2 y el hidrogenofosfato de calcio. La solución de calcio se añade a la mezcla de fibras después de agitarla.

En otro vaso de precipitados de plástico separado, el agua de grifo filtrada 3 y glucono-delta-lactona se pesan previamente y se mezclan para disolver la lactona. Después de mezclar, la solución se añade a la

mezcla de fibras. Se pesa el agua de grifo filtrada 4 y se usa para lavar cualquier mezcla de lactona o calcio dejada en los vasos de precipitados. Los lavados se añaden a la mezcla de fibras. La mezcla de fibras se
5 retira del baño de agua y se pesa. Para una formulación de 100 g, el peso total de la solución es aproximadamente 100 g. Si no, la humedad se añade de nuevo usando agua de grifo filtrada y se deja enfriar a temperatura ambiente durante 24 horas.

10 Uso de “aproximadamente” para modificar un número pretende incluir el número mencionado más o menos 10 %. Cuando la mención legalmente permisible de un valor en una reivindicación significa aproximadamente el valor. Uso de aproximadamente en una reivindicación o en la
15 especificación no pretende limitar el alcance completo de los equivalentes cubiertos.

La mención del artículo indefinido “un/a” o el artículo definido “el/la” pretende significar uno o más, a menos que el contexto indique claramente de cualquier otra
20 manera.

Si bien se han ilustrado y descrito algunas modalidades, una persona con experiencia en la técnica, después de leer la especificación anterior, puede efectuar cambios, sustituciones de equivalentes y otros
25 tipos de alteraciones a los métodos y de la presente tecnología. Cada aspecto y modalidad descritos

anteriormente pueden también incluirse o incorporarse con tales variaciones o aspectos como se describe con respecto a cualquiera o todos los demás aspectos y modalidades.

5 La presente tecnología tampoco está limitada en términos de los aspectos descritos en la presente descripción, que pretenden ser ilustraciones simples de aspectos individuales de la presente tecnología. Pueden hacerse muchas modificaciones y variaciones de esta
10 presente tecnología sin apartarse de su espíritu y alcance, como resultará evidente para los expertos en la técnica. Los métodos funcionalmente equivalentes dentro del alcance de la presente tecnología, además de los enumerados en la presente descripción, resultarán evidentes para los
15 expertos en la técnica a partir de las descripciones anteriores. Se pretende que tales modificaciones y variaciones estén dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas. Se entiende que esta presente tecnología no se limita a los métodos, conjugados,
20 reactivos, compuestos, composiciones, compuestos marcados o sistemas biológicos que, por supuesto, pueden variar. Todos los métodos descritos en la presente descripción pueden realizarse en cualquier orden adecuado a menos que se indique de cualquier otra manera en la presente descripción
25 o que el contexto lo contradiga claramente de cualquier otra manera. También se entiende que la terminología usada

en la presente descripción es para el propósito de describir aspectos solamente y no pretende ser limitante. Por lo tanto, se pretende que la especificación se considere como ilustrativa solamente con la amplitud, el
5 alcance y el espíritu de la presente tecnología indicados solamente por las reivindicaciones adjuntas, definiciones en estas y cualquier equivalente de estos. Ningún lenguaje en la especificación debe interpretarse como indicativo de cualquier elemento no reivindicado como esencial.

10 Las modalidades descritas ilustrativamente en la presente descripción pueden practicarse de manera adecuada en ausencia de cualquier elemento o elementos, limitación o limitaciones, no específicamente descritos en la presente descripción. Por lo tanto, por ejemplo, los términos “que
15 comprende”, “que incluye”, “que contiene”, etc. deberán interpretarse de manera amplia y sin limitación. Además, los términos y expresiones usados en la presente descripción se han usado como términos de descripción y no de limitación, y no hay intención en el uso de tales
20 términos y expresiones de excluir cualquier equivalente de las características mostradas y descritas o partes de estas, pero se reconoce que son posibles diversas modificaciones dentro del alcance de la tecnología reivindicada. Además, la frase “que consiste esencialmente
25 en” se entenderá que incluye esos elementos mencionados específicamente y los elementos adicionales que no afectan

materialmente las características básicas y novedosas de la tecnología reivindicada. La frase “que consiste en” excluye cualquier elemento no especificado.

Además, cuando las características o aspectos de la descripción se describen en términos de grupos Markush, los expertos en la técnica reconocerán que la descripción también se describe en términos de cualquier miembro individual o subgrupo de miembros del grupo Markush. Cada una de las agrupaciones más estrechas de especies y subgenéricas que quedan comprendidas dentro de la descripción genérica también forman parte de la tecnología. Esto incluye la descripción genérica de la tecnología con una condición o limitación negativa que elimina cualquier materia del género, independientemente si el material eliminado se menciona específicamente en la presente descripción.

Como entenderá un experto en la técnica, para cualquiera y para todos los propósitos, particularmente en términos de proporcionar una descripción escrita, todos los rangos descritos en la presente descripción también abarcan todos y cada uno de los posibles subrangos y combinaciones de subrangos de estos. Cualquier rango listado puede reconocerse fácilmente como lo suficientemente descriptivo y permite que el mismo rango se divida en al menos mitades, tercios, cuartos, quintas, décimas iguales, etc. Como ejemplo no limitante,

cada rango descrito en la presente descripción puede dividirse fácilmente en un tercio inferior, un tercio medio y un tercio superior, etc. Como también entenderá un experto en la técnica, todo tipo de lenguaje tal como “hasta”, “al menos”, “mayor que”, “menor que” y lo similar, incluyen el número recitado y se refieren a rangos que pueden dividirse posteriormente en subrangos como se discutió anteriormente. Finalmente, como entenderá un experto en la técnica, un rango incluye cada miembro individual, y cada valor separado se incorpora en la especificación como si se mencionara individualmente en la presente descripción.

La tecnología descrita en esta especificación se describe además con referencia a los siguientes aspectos no limitantes.

1. Un material de fibra cítrica gelificante que comprende: a) un componente celulósico y b) un componente de pectina asociado en una cantidad de 40 % a 50 % (% de ácido galacturónico (% de GA)), o de aproximadamente 40 % a aproximadamente 48 %, o de aproximadamente 40 % a aproximadamente 46 %, o de aproximadamente 42 % a aproximadamente 48 %, o de aproximadamente 42 % a aproximadamente 46 %; el componente de pectina tiene un grado de esterificación (% de DE) de aproximadamente 10 % a aproximadamente 80 %; y el material de fibra cítrica gelificante que tiene un peso molecular de aproximadamente

50 kDa a aproximadamente 275 kDa; en donde, opcionalmente, el material de fibra cítrica gelificante se obtiene de la piel del cítrico.

2. El material de fibra cítrica gelificante de la reivindicación 1 en donde el componente de pectina tiene un grado de esterificación seleccionado del grupo que consiste en: de aproximadamente 30 % a aproximadamente 45 % (% de DE), o de aproximadamente 35 % a aproximadamente 45 %, o de aproximadamente 37 % a aproximadamente 45 %; de aproximadamente 46 % a aproximadamente 55 % (% de DE), o de aproximadamente 47 % a aproximadamente 52 %, o de aproximadamente 47 % a aproximadamente 50 %; de aproximadamente 10 % a aproximadamente 20 % (% de DE), o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 18 %, o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 15 %. y de aproximadamente 60 % a aproximadamente 65 % (% de DE), o aproximadamente 60 % a aproximadamente 63 %.

3. El material de fibra cítrica gelificante de la reivindicación 1 o 2, en donde el material tiene un peso molecular seleccionado del grupo que consiste en: de aproximadamente 50 a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 125 kDa, o de aproximadamente 50 a aproximadamente 100 kDa; de aproximadamente 200 kDa a aproximadamente 300 kDa, o de aproximadamente 210 kDa a aproximadamente 275 kDa, o de

aproximadamente 210 kDa a aproximadamente 265 kDa, o de
aproximadamente 225 kDa a aproximadamente 265 kDa, o de
aproximadamente 230 kDa a aproximadamente 260 kDa; y de
100 kDa a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente
5 100 kDa a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente
100 kDa a aproximadamente 125 kDa.

4. El material de fibra cítrica gelificante de
una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en donde: el
grado de esterificación del componente de pectina es de
10 aproximadamente 30 % a aproximadamente 45 % (% de DE), o de
aproximadamente 35 % a aproximadamente 45 %, o de
aproximadamente 37 % a aproximadamente 45 %; y el peso
molecular del material es de aproximadamente 50 a
aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 50 a
15 aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 50 a
aproximadamente 125 kDa, o de aproximadamente 50 a
aproximadamente 100 kDa.

5. El material de fibra cítrica gelificante de
una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en donde: el
20 grado de esterificación del componente de pectina es de
aproximadamente 46 % a aproximadamente 55 % (% de DE), o
de aproximadamente 47 % a aproximadamente 52 %, o de
aproximadamente 47 % a aproximadamente 50 %; y el peso
molecular del material es de aproximadamente 200 kDa a
25 aproximadamente 300 kDa, o de aproximadamente 210 kDa a
aproximadamente 275 kDa, o de aproximadamente 210 kDa, a

aproximadamente 265 kDa, o de aproximadamente 225 kDa, a aproximadamente 265 kDa, o de aproximadamente 230 kDa a aproximadamente 260 kDa.

6. El material de fibra cítrica gelificante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en donde: el grado de esterificación es de aproximadamente 10 % a aproximadamente 20 % (% de DE), o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 18 %, o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 15 %; y el peso molecular del material es de 100 kDa a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 125 kDa.

7. El material de fibra cítrica gelificante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en donde el grado de esterificación del componente de pectina es de aproximadamente 60 % a aproximadamente 65 % (% de DE), o de aproximadamente 60 % a aproximadamente 63 %; y el peso molecular del material es de 100 kDa a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 125 kDa.

8. El material de fibra cítrica gelificante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 capaz de formar un gel en una solución acuosa cuando se usa en una cantidad de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 5 % (% en peso del gel), o cuando se usa en una cantidad de

aproximadamente 1,5 % a 4,5 %, o de aproximadamente 2,5 % a aproximadamente 3,5 %.

9. El material de fibra cítrica gelificante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 que es capaz de formar un gel de prueba que tiene una resistencia de gel seleccionada del grupo que consiste en: mayor que aproximadamente 200 g, o de aproximadamente 200 g a aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 225 g a aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 275 g a aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 300 g a aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 300 g a aproximadamente 400 g; menor que aproximadamente 200 g, o de aproximadamente 100 g a aproximadamente 200 g, o de aproximadamente 110 g a aproximadamente 180 g, o de aproximadamente 125 g a aproximadamente 175 g, o de aproximadamente 130 g a aproximadamente 170 g; y menor que aproximadamente 100 g o de aproximadamente 10 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 20 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g, a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 80 g, 25 g a aproximadamente 75 g.

10. El material de fibra cítrica gelificante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 en donde: el grado de esterificación del componente de pectina es de aproximadamente 30 % a aproximadamente 45 % (% de DE), o de

aproximadamente 35 % a aproximadamente 45 %, o de
aproximadamente 37 % a aproximadamente 45 %; el peso
molecular del material de fibra cítrica gelificante es de
aproximadamente 50 a aproximadamente 200 kDa, o de
5 aproximadamente 50 a aproximadamente 150 kDa, o de
aproximadamente 50 a aproximadamente 125 kDa, o de
aproximadamente 50 a aproximadamente 100 kDa; y el material
puede formar un gel de prueba que tiene una resistencia de
gel mayor que aproximadamente 200 g, o de aproximadamente
10 200 g a aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 225 g a
aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 275 g a
aproximadamente 500 g o de aproximadamente 300 g a
aproximadamente 500 g, o de aproximadamente 300 g a
aproximadamente 400 g.

15 11. La fibra cítrica gelificante de una
cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 en donde: el
grado de esterificación del componente de pectina es de
aproximadamente 46 % a aproximadamente 55 % (% de DE), o de
aproximadamente 47 % a aproximadamente 52 %, o de
20 aproximadamente 47 % a aproximadamente 50 %; y el peso
molecular del material de fibra cítrica gelificante es de
aproximadamente 200 kDa a aproximadamente 300 kDa, o de
aproximadamente 210 kDa a aproximadamente 275 kDa, o de
aproximadamente 210 kDa a aproximadamente 265 kDa, o de
25 aproximadamente 225 kDa a aproximadamente 265 kDa, o de
aproximadamente 230 kDa a aproximadamente 260 kDa; y puede

formar un gel de prueba que tiene una resistencia de gel menor que aproximadamente 200 g, o de aproximadamente 100 g a aproximadamente 200 g, o de aproximadamente 110 g a aproximadamente 180 g, o de aproximadamente 125 g a aproximadamente 175 g, o de aproximadamente 130 g a aproximadamente 170 g.

12. La fibra cítrica gelificante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 en donde: el grado de esterificación es de aproximadamente 10 % a aproximadamente 20 % (% de DE), o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 18 %, o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 15 %; el peso molecular del material es de 100 kDa a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 125 kDa; y la fibra puede formar un gel de prueba menor que aproximadamente 100 g o de aproximadamente 10 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 20 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g, a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 80 g, 25 g a aproximadamente 75 g.

13. El material de fibra cítrica gelificante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 en donde: el grado de esterificación del componente de pectina es de aproximadamente 60 % a aproximadamente 65 % (% de DE), o de

aproximadamente 60 % a aproximadamente 63 %; y el peso molecular del material es de 100 kDa a aproximadamente 200 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 150 kDa, o de aproximadamente 100 kDa a aproximadamente 125 kDa; y la resistencia de gel del gel de prueba es menor que aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 10 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 20 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 100 g, o de aproximadamente 25 g a aproximadamente 80 g, 25 g a aproximadamente 75 g.

14. El material de fibra cítrica gelificante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en donde la resistencia de gel del gel de prueba se mide a una temperatura de aproximadamente 20 °C.

15. El material de fibra cítrica gelificante de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en donde el componente celulósico forma una matriz y al menos una porción del componente de pectina está dentro de la matriz.

16. Un método para elaborar un material de fibra cítrica gelificante como se describe en cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende: mezclar una piel del cítrico triturada que comprende un componente de pectina y un componente celulósico con una solución ácida para obtener una piel del cítrico lavada con ácido; mezclar la piel del cítrico lavada con ácido

con una solución alcalina para reducir el grado de esterificación (% de DE) del componente de pectina obteniendo de esta manera la piel cítrica desesterificada; y recuperar la piel del cítrico desesterificada para obtener el material de fibra cítrica gelificante.

17. El método de la reivindicación 16 que comprende además mezclar la piel del cítrico desesterificada con una solución que comprende un solvente orgánico para lavar la piel del cítrico desesterificada, en donde opcionalmente, el solvente orgánico es un alcohol obteniendo de esta manera un material de fibra cítrica gelificante, y en donde, opcionalmente, la piel del cítrico desesterificada se lava con un solvente orgánico más de una vez, preferentemente, tres veces.

18. El método de la reivindicación 16 o 17 que comprende además antes de la etapa a) obtener un material de piel del cítrico y el material de piel del cítrico molido para obtener la piel del cítrico triturada, en donde opcionalmente, la piel del cítrico triturada se rehidrata antes de mezclarla con una solución ácida.

19. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 16 a 18 en donde la solución ácida tiene un pH menor que 3, o de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 2,5.

20. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 16 a 19 en donde la piel del cítrico triturada se mezcla con la solución ácida durante de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 90 minutos.

5 21. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 16 a 20 en donde la piel del cítrico triturada se mezcla con la solución ácida durante un tiempo seleccionado del grupo que consiste en: de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 30 minutos; de aproximadamente 30 minutos a aproximadamente 50 minutos; y de 10 aproximadamente 50 minutos a aproximadamente 70 minutos.

22. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 16 a 21 en donde la solución alcalina tiene un pH mayor que aproximadamente 8 o mayor que 15 aproximadamente 8,5, o de 8,5 a aproximadamente 11, o de aproximadamente 9 a aproximadamente 10.

23. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 16 a 22, en donde la piel del cítrico lavada con ácido se mezcla con la solución alcalina a una 20 temperatura de aproximadamente 1 °C a aproximadamente 30 °C.

24. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 16 a 23 en donde la piel del cítrico lavada con ácido se mezcla con la solución alcalina a una 25 temperatura seleccionada del grupo que consiste en: de aproximadamente 1 °C a aproximadamente 10 °C, o de

aproximadamente 3 °C a aproximadamente 7 °C; de
aproximadamente 10 °C a aproximadamente 20 °C o de
aproximadamente 12 °C a aproximadamente 17 °C; y de
aproximadamente 20 °C a aproximadamente 30 °C o de
5 aproximadamente 22 °C a aproximadamente 27 °C.

25. Un método para monitorear una reacción
química que involucra un material que comprende un
componente de pectina y un componente celulósico, el
método comprende: registrar un espectro del material; y
10 evaluar el espectro contra un modelo que correlaciona el
espectro con un segundo parámetro de uno o más del
material celulósico que contiene componente de pectina o
componente celulósico en donde el espectro se evalúa al
menos dentro de un rango de números de onda seleccionado
15 del grupo que consiste en: un rango de números de onda de
aproximadamente 1400 a aproximadamente 845 cm^{-1} , uno o más
rangos de números de onda seleccionados del grupo que
consiste en (A) aproximadamente 1400 a aproximadamente
1050 cm^{-1} , (B) aproximadamente 1050 a aproximadamente
20 975 cm^{-1} , (C) aproximadamente 975 a aproximadamente
875 cm^{-1} , y (D) aproximadamente 875 y aproximadamente
845 cm^{-1} , y uno o más rangos de número de onda
seleccionados del grupo que consiste en (A)
aproximadamente 1095 a aproximadamente 1070 cm^{-1} , (B)
25 aproximadamente 1050 a aproximadamente 1020 cm^{-1} , (C) de
aproximadamente 975 a aproximadamente 895 cm^{-1} , y (D)

aproximadamente 875 a aproximadamente 845 cm^{-1} ; en donde, preferentemente, la reacción química convierte el material en una fibra cítrica gelificante.

26. El método de la reivindicación 25 en donde el
5 espectro se mide usando espectroscopía infrarroja, en donde, preferentemente, usando espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier.

27. El método de la reivindicación 25 o 26 en donde el segundo parámetro se selecciona del grupo que
10 consiste en la esterificación, el contenido total del componente de pectina y el peso molecular.

28. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 25 a 27 en donde el espectro se registra en un recipiente de reacción durante una reacción química
15 que altera el material celulósico que contiene componente de pectina en donde, opcionalmente, la reacción química se altera de uno o más de: grado de esterificación, contenido total de componente de pectina, o peso molecular del material celulósico que contiene componente de pectina.

29. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 25 a 28 en donde el espectro se mide durante un proceso como se describe en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde, preferentemente, el espectro se mide al menos durante la etapa de
25 desesterificación.

30. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 25 a 29 en donde el espectro se registra midiendo una muestra recolectada de un recipiente de reacción en donde, opcionalmente, la reacción química altera uno o más de: grado de esterificación, contenido total de componente de pectina, o peso molecular del material celulósico que contiene componente de pectina.

31. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 25 a 30 en donde el espectro se registra de una muestra obtenida durante una reacción como se describe en cualquier reivindicación anterior, en donde, preferentemente, el espectro se mide de una muestra tomada durante la etapa de desesterificación.

32. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 25 a 31 que comprende además ajustar un parámetro de la reacción química basado en la evaluación del espectro; en donde, opcionalmente el parámetro se asocia con desesterificar el material.

33. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 25 a 32 que comprende además recuperar una fibra cítrica gelificante a partir de la reacción química, en donde la fibra cítrica gelificante es como se describe en las reivindicaciones 1-15.

34. Uso del material de fibra cítrica gelificante como se describe en cualquiera de las reivindicaciones anteriores para modificar la textura de una composición, en

donde, opcionalmente, la composición es una composición alimenticia.

35. Uso del material de fibra cítrica gelificante como se describe en la reivindicación 34, en donde la fibra
5 cítrica gelificante se usa como un agente gelificante.

36. Uso del material de fibra cítrica gelificante como se describe en la reivindicación 34 o 35, en donde el material de fibra cítrica gelificante se usa en una cantidad de aproximadamente 0,1 % a
10 aproximadamente 10 % o de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 5 % (% en peso de composición), o cuando se usa en una cantidad de aproximadamente 1,5 % a 4,5 %, o de aproximadamente 2,5 % a aproximadamente 3,5 %.

37. Una composición que comprende: un material
15 de fibra cítrica gelificante como se describe en cualquiera de las reivindicaciones anteriores y un segundo ingrediente; en donde, opcionalmente, la composición es una composición alimenticia.

38. La composición de la reivindicación 37 en
20 donde el segundo ingrediente es un ingrediente acuoso, y en donde el material de fibra cítrica gelificante se usa en una cantidad de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 10 %, o de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 5 % (% en peso de la composición), o
25 cuando se usa en una cantidad de aproximadamente 1,5 % a

4,5 %, o de aproximadamente 2,5 % a aproximadamente 3,5 %.

39. Un material de fibra gelificante que comprende: a) un componente celulósico y b) un componente
5 de pectina asociado en una cantidad de 40 % a 50 % (% de ácido galacturónico (% de GA)), o de aproximadamente 40 % a aproximadamente 48 %, o de aproximadamente 40 % a aproximadamente 46 %, o de aproximadamente 42 % a aproximadamente 48 %, o de aproximadamente 42 % a
10 aproximadamente 46 %; el componente de pectina tiene un grado de esterificación (% de DE) de aproximadamente 10 % a aproximadamente 80 %; y el material de fibra gelificante tiene un peso molecular de aproximadamente 50 kDa a aproximadamente 275 kDa.

15 La tecnología descrita en esta especificación se describe además con referencia a los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplo 1 - Métodos

20 Se prepararon materiales de fibra cítrica gelificante y se midieron para el porcentaje de ácido galacturónico (“% de GA”), grado de esterificación (“% de DE”), y peso molecular, medido en Daltons (“Da”). Se prepararon también soluciones usando los materiales de
25 fibra cítrica gelificante y se probaron para determinar la resistencia de gel, medidas en gramos (“g”). Como se indica

en esta especificación, el % de GA se usa como un indicador del contenido de pectina del material de fibra cítrica gelificante y es un indicador del porcentaje del material de fibra cítrica gelificante que es el componente de pectina.

El grado de esterificación (% de DE) de material celulósico que contiene pectina y contenido de pectina (% de GA) del material celulósico que contiene pectina se midió usando un método de titulación. El método puede dividirse en dos partes: (1) lavado del material y (2) doble titulación. El lavado de la muestra elimina cualquier sal, azúcares y contraiones usando alcohol ácido para asegurar que toda la pectina esté en la forma esterificada o presente como ácido libre. La primera titulación se usa para determinar los grupos de ácido libre y la solución neutra se puede usar después en el segundo método de titulación propuesto por Schultz (1965).

A continuación, se presentan etapas para el lavado. La muestra de polvo seco se prueba primero para el contenido de humedad antes del lavado. Se prepara una solución de alcohol ácido mezclando isopropanol (600 m) con agua (350 ml) y ácido clorhídrico concentrado (50 ml). Se suspendieron aproximadamente 10 gramos de muestra en 150 ml de alcohol ácido y se agitaron en un agitador magnético durante 15 minutos. Después, la suspensión se filtró en un

embudo Buchner y se volvió a suspender en otra alícuota de 150 ml de la solución de alcohol. Esta etapa se repitió hasta que se usó todo el alcohol ácido. Después, el polvo se volvió a suspender en 150 ml de mezcla de agua de isopropanol 60/40, se dejó remojar durante cinco minutos y después se retiró del líquido usando un vacío. Esta etapa se repitió tres veces. Después, la muestra se volvió a suspender nuevamente en una mezcla de isopropanol puro de 150 ml, se dejó remojar durante cinco minutos y después se retiró del líquido usando vacío. Esta etapa se repitió tres veces. Usando un papel de filtro en el embudo, se extrae líquido y aire usando vacío hasta que la muestra ya no tenga olor de alcohol. Después, el polvo se secó durante la noche a 45 °C.

A continuación, se siguen las etapas de titulación doble. Para la primera titulación, se pesó una muestra de 1,0 gramos del material seco. Después, la muestra se suspende en 10 ml de isopropanol y después se dispersa en 150 ml de agua destilada. Se añadió más agua si la muestra se vuelve muy gruesa. Con un agitador magnético, la dispersión se agitó durante una hora y se midió el pH. La muestra se tituló contra una solución de hidróxido de sodio (0,1 M) a pH 7. Esto midió los grupos de ácido libre. Esto se registró como el primer título. Para la segunda titulación, se pipetearon aproximadamente 40 ml de hidróxido de sodio (0,1 M) en un vaso de precipitados de

plástico y se agitaron durante 30 minutos. Esto elimina cualquier grupo de éster. Después, la muestra se tituló con ácido clorhídrico (0,1 M) a pH 7 y se registró como título 2. El grado de esterificación (% de DE) es la relación molar del éster con respecto al total de GA.

El porcentaje en peso del ácido galacturónico (% de GA) es el peso del ácido péctico y la pectina (éster) combinados dividido entre la muestra de peso seco de la muestra:

10

$$\% \text{ de GA} = \frac{(\text{grupos de éster de pectina en gramos}) + (\text{ácido péctico libre en gramos})}{\text{muestra de fibra, peso seco en gramos}} \times 100$$

El % de DE es la relación molar del éster con respecto al total de % GA que es:

$$\begin{aligned} \% \text{ de DE} \\ = \frac{\text{moles de álcali consumidos por la muestra}}{\text{moles de álcali consumidos por la muestra} + \text{moles de ácido péctico libre}} \end{aligned}$$

15 Método para medir el peso molecular usando cromatografía de permeación en gel (GPC, por sus siglas en inglés). Se pueden usar varios equipos. Las muestras reportadas se midieron usando WATERS Alliance GPCV2000 con detector de índice de refracción o GPC de alta temperatura

20 AGILENT® Infinity II con detector de índice de refracción. Los pesos moleculares reportados fueron pesos moleculares promedio ponderados, es decir el promedio de las fracciones

en peso a través de la distribución observada y en relación con los estándares de pululano.

Método para medir la resistencia de gel -
Después del fraguado, las resistencias de gel se midieron
5 usando un analizador de textura (Texture Technologies)
usando una sonda de AOAC (T10) en avanzando a 0,5 mm/s
durante 20 mm de distancia con una fuerza desencadenante
de 1 g (donde la fuerza desencadenante es la fuerza
mínima necesaria para iniciar los datos de registro). Los
10 valores de resistencia de gel se midieron desde la
primera rotura (fuerza de rotura en gramos). La fuerza
desencadenante es el punto de fuerza que el instrumento
tiene que detectar/alcanzar antes de iniciar la medición.

Ejemplo 2 - Proceso ilustrativo para elaborar un material
15 de fibra cítrica gelificante

Las pieles del cítrico secas enteras (519,3 g) se
molieron en seco usando un Fitzmil a través de un tamiz de
1,5 mm seguido de molino de cocina para obtener un tamaño
20 de partícula fino. Las pieles se mezclaron después en agua
de grifo (25 °C, 6266 g) mientras se agitaban usando un
mezclador superior. La mezcla (7 % de sólidos) se agitó
para volver a hidratar durante 1 hora a 25 °C. La mezcla se
extrajo del agua usando un embudo Buchner, un matraz y
25 papel de filtro de resistencia en húmedo de grado 113 para
obtener pieles húmedas (2331 g) y filtrado (4390 g). Los

ésteres húmedos se volvieron a suspender a 7 % de sólidos mediante la adición de agua de grifo (25 °C, 4454 g). La acidez de la suspensión se ajustó a pH 1,7 (170,7 g de 3N HCl). La suspensión se mantuvo a 25 °C durante 1 hora. La
5 mezcla se extrae del agua, nuevamente, para obtener pieles acidificadas húmedas (4320 g) y el filtrado (2190,4 g). Los ésteres acidificados húmedos se volvieron a suspender a 7 % de sólidos mediante la adición de agua de grifo (25 °C, 2465 g). La mezcla se agitó durante 30 minutos durante el
10 lavado con agua.

La mezcla se extrajo del agua nuevamente para obtener una piel limpia y lavada (2426 g) y el filtrado (2190,4 g). Las pieles limpias se volvieron a suspender 7 % de sólidos al añadir agua de grifo previamente
15 refrigerada (4595 g) y la mezcla se enfrió hasta 5 °C. La mezcla de reacción se monitoreó con una sonda de espectroscopía infrarroja (“IR”) insertada en el recipiente de reacción. Se añadió carbonato de sodio monohidrato (27 g) a la mezcla para ajustarla a pH 9. La
20 mezcla se mantuvo a pH 9 durante aproximadamente 18 horas a 4 °C usando un controlador de pH y una bomba peristáltica y una solución de carbonato de sodio al 25 % (25,12 g), la mezcla se tomó y se neutralizó a pH 4-5 mediante la adición de monohidrato de ácido cítrico (1 h:
25 14,52 g; 18 h: 84,06 g)

La muestra recuperada se lavó con alcohol. Se agitó una cantidad igual de alcohol en la muestra durante 20 minutos. La mezcla se extrajo del agua usando un embudo Buchner y una bomba de vacío con solvente clasificado. El lavado se realizó 2 veces más durante un total de 3 lavados. La materia prima de piel de naranja seca y los productos se colocaron después en un horno y se secaron durante la noche a 40 °C.

La muestra elaborada mediante el método ilustrativo se denomina Muestra 1 en esta especificación. Tenía un contenido de pectina total de $45,49 \pm 0,28$ (% de GA), un grado porcentual de esterificación (% de DE) de $62,56 \pm 0,60$, y un peso molecular de 142.000 (Da).

Ejemplo 3 - Proceso ilustrativo para elaborar geles a partir de materiales de fibra cítrica gelificante

Los geles de prueba se elaboraron como se definió, pero por conveniencia, la fórmula (como se indica en la Tabla 1) y el método se repiten a continuación.

Tabla 2

Fórmula de gel ilustrativa

Ingrediente	Fracción (%)
Material de fibra cítrica gelificante	1,98
Agua de grifo filtrada 1	54,40
Hexametáfosfato de sodio, granular de	0,05

grado técnico $(\text{NaPO}_3)_6$	
Azúcar	29,67
Ácido clorhídrico, 10 %	0,25 (o según sea necesario)
Fosfato de hidrógeno de calcio, anhidro, 98 % mínimo	0,20
Agua de grifo filtrada 2	4,95
Glucono-delta-lactona (ácido glucónico D lactona)	1,09
Agua de grifo filtrada 3	6,18
Agua de grifo filtrada 4	1,24
Total	100

Se tiene en cuenta que en la fórmula el agua de grifo filtrada 1 a 4 se refiere a añadir agua de grifo filtrada en cuatro momentos diferentes en el proceso en la cantidad dicha, de cualquier otra manera, no hay diferencia en el agua de grifo filtrada 1 a 4. El filtro usado fue un filtro de agua potable estándar. Los geles se elaboraron de la siguiente manera. El agua de grifo filtrada 1 se pesó y se colocó en un vaso de precipitados de plástico con una barra de agitación. La fibra se pesó y se dispersó mientras se agitaba en el agua de grifo filtrada 1. La mezcla se agitó durante aproximadamente 15 minutos. Se pesaron hexametafosfato de sodio y azúcar, y se añadieron a la dispersión. Después, se ajustó el pH de la mezcla (según sea necesario) a pH 4 usando ácido clorhídrico, gota a gota, usando una pipeta plástica. Después, la mezcla se transfirió a un vaso de precipitados de acero inoxidable pesado previamente (600 ml) y se calentó en el baño de agua mientras se agita hasta 70-80 °C. La mezcla se mantuvo en el baño

durante 10 minutos después de alcanzar la temperatura establecida.

En un vaso de precipitados de plástico separado, se mezclaron juntos el agua de grifo filtrada pesada
5 previamente 2 y el hidrogenofosfato de calcio. La solución de calcio se añadió a la mezcla de fibras después de agitarla.

En otro vaso de precipitados de plástico separado, el agua de grifo filtrada 3 y la glucono-delta-
10 lactona se pesaron previamente y se mezclaron para disolver la lactona. Después de mezclar, la solución se añadió a la mezcla de fibras. Se pesó el agua de grifo filtrada 4 y se usó para lavar cualquier mezcla de lactona o calcio dejada en los vasos de precipitados. Los
15 lavados se añadieron a la mezcla de fibras. La mezcla de fibras se retiró del baño de agua y se pesó. Para una formulación de 100 g, el peso total de la solución fue aproximadamente 100 g. Si no, la humedad se añadió nuevamente usando agua de grifo filtrada. Después, la
20 mezcla de fibras se dividió en 4 partes iguales y se dejó enfriar a temperatura ambiente durante 24 horas.

Ejemplo 4 - Comparación de materiales de fibra cítrica gelificante

25 Se elaboraron varios materiales de fibra cítrica gelificante variando el proceso del Ejemplo 3. Se probaron

las muestras obtenidas para determinar el contenido de pectina (% de GA), el grado de esterificación (% de DE), el peso molecular (Da) (promedio en peso Mw). Las fibras cítricas gelificantes obtenidas se usaron para formar soluciones como se describe en el Ejemplo 1 y se observaron para determinar si la solución formó un gel, y si es así cuál era la resistencia de gel (g). Las propiedades de las fibras cítricas gelificantes obtenidas y la resistencia de gel de los geles obtenidos a partir de las fibras cítricas gelificantes se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3

Propiedades de materiales de fibra cítrica gelificante y geles obtenidos a partir de estos

Muestra	Pectina total (% de GA)	Grado de esterificación (% de DE)	Peso molecular promedio ponderado (Da)	Resistencia de gel (g)
Muestra 0*	45,56	63,04	242.315	No gelificado
Muestra 1	45,49	62,56	142.000	49,27
Muestra 2	46,06	45,45	177.248	309,65
Muestra 3	45,35	49,91	258.690	134,22
Muestra 4	43,11	11,12	110.493	28,52
Muestra 6	40,60	16,44	118.830	93,86
Muestra 7	41,62	14,69	112.035	53,09
Muestra 8	46,80	37,73	58.570	398,70
Muestra 9	42,02	42,11	101.742	235,72
Muestra 10	44,71	14,44	119.286	122,78
Muestra 11	48,28	46,12	244.740	192,42
Muestra 12	45,20	62,88	106.582	117,01
Muestra 13	42,41	52,79	169.185	163,52
Muestra 14	45,17	61,54	170.000	10,41
Muestra 15	41,58	48,59	237.994	137,29

* Piel de naranja triturada no modificada.

Las muestras 0 a 15 se prepararon variando la temperatura de la reacción de desesterificación, variando el pH de la reacción de desesterificación, la longitud del lavado con ácido, y el pH del lavado con ácido. Las condiciones relevantes usadas para preparar las muestras 0 a 15 se informan en la Tabla 4.

Tabla 4

Condiciones de reacción para las muestras de fibras cítricas gelificantes de 0 a 15

10

Muestra	Temperatura de reacción de la esterificación (°C)	pH de la reacción de desesterificación	Duración del lavado con ácido (minutos)	pH de lavado con ácido
Muestra 0	N/A	N/A	N/A	N/A
Muestra 1	5	9	60	1,7
Muestra 2	15	9,5	40	2,1
Muestra 3	5	10	60	2,5
Muestra 4	25	10	20	1,7
Muestra 5	5	10	20	2,5
Muestra 6	25	10	60	2,5
Muestra 7	25	10	60	1,7
Muestra 8	25	9	60	1,7
Muestra 9	25	9	20	1,7
Muestra 10	25	10	20	2,5
Muestra 11	5	10	60	1,7
Muestra 12	5	9	20	1,7
Muestra 13	15	9,5	40	2,1
Muestra 14	5	9	20	2,5
Muestra 15	5	10	20	1,7

Para enfatizar las relaciones entre parámetros, la Tabla 5 a continuación repite los datos de la Tabla 3, pero se clasifica de alto grado de esterificación a un

bajo grado de esterificación. Se generan cohortes para agrupar las resistencias de gel similares.

Tabla 5

Propiedades de materiales de fibra cítrica gelificante y

5 geles obtenidos a partir de estos

(Dispuesto por grado de esterificación)

Cohortes	Muestra	Pectina total (% de GA)	Grado de esterificación (% de DE)	Peso molecular promedio (Da)	Resistencia de gel (g)
	Muestra 0*	45,56	63,04	242.315	No gelificado
Cohorte 1	Muestra 12	45,20	62,88	106.582	117,01
	Muestra 1	45,49	62,56	142.000	49,29
	Muestra 14	45,17	61,54	170.000	10,41
Cohorte 2	Muestra 13	42,41	52,79	169.185	163,52
	Muestra 3	45,35	49,91	258.690	134,22
	Muestra 15	41,58	48,59	237.994	137,29
Cohorte 3	Muestra 11	48,28	46,12	244.740	192,42
Cohorte 4	Muestra 2	46,06	45,45	177.248	309,65
	Muestra 9	42,02	42,11	101.742	235,72
	Muestra 8	46,80	37,73	58.570	398,70
Cohorte 5	Muestra 6	40,60	16,44	118.830	93,86
	Muestra 7	41,62	14,69	112.035	53,09
	Muestra 10	44,71	14,44	119.286	122,78
	Muestra 4	43,11	11,12	110.493	28,52

* Piel de naranja triturada no modificada.

10 La cohorte 4 tiene materiales de fibra cítrica gelificante que formaron los geles más fuertes, por encima de aproximadamente 200 g. Los materiales de fibra cítrica gelificante de la cohorte 4 tenían, generalmente, un grado moderado de esterificación, entre

aproximadamente 35 % y 45 %, y tenían un peso molecular moderado a un peso molecular bajo, 50.000 y 200.000 Da.

La cohorte 2 tenía materiales de fibra cítrica gelificante que formaron geles moderadamente fuertes, entre 100 y 200 g, están en la cohorte 2. Los materiales de fibra gelificante de la cohorte 2 tenían, generalmente, un grado de esterificación mayor, entre 45 % y 55 %, que los materiales de fibra cítrica gelificante de la cohorte 4. Los materiales de fibra gelificante de la cohorte 3 también tenían un peso molecular generalmente mayor, por encima de aproximadamente 200.000 Da, en comparación con la cohorte 4.

Los materiales de fibra cítrica gelificante que formaron los geles más débiles estaban en la cohorte 1 y la cohorte 5. Los materiales de fibra cítrica gelificante de la cohorte 5 tenían un grado de esterificación bajo, menor que aproximadamente 20 %. Los materiales de fibra cítrica gelificante de la cohorte 1 tenían un alto grado de esterificación, por encima de aproximadamente 60 %.

La cantidad de pectina (% de GA) fue similar entre muestras en comparación con las diferencias en el grado de esterificación y peso molecular.

Ejemplo 5 - Efecto funcional del lavado con ácido

El lavado con ácido fue importante para obtener una fibra cítrica gelificante que forma geles fuertes. Se

ve el efecto del ácido al preparar muestras como sigue. Las muestras se prepararon tomando una piel del cítrico seco entera realizado por molienda en seco seguido de molienda de cocina para obtener un tamaño de partícula
5 fino. Las pieles se mezclaron después en agua de grifo mientras se agitaban usando un mezclador superior. La mezcla se agitó para volver a hidratar durante 6 minutos a 25 °C. La mezcla se extrajo del agua usando un embudo Buchner, un matraz y papel de filtro de resistencia en
10 húmedo de grado 113 para obtener pieles húmedas, y el filtrado se recolectó y se pesó. Las pieles rehidratadas se volvieron a suspender mediante la adición de agua de grifo (25 °C).

En este experimento, la Muestra E146 no se lavó
15 con ácido, pero la Muestra E145 se lavó con ácido. Para el lavado con ácido, la acidez de la suspensión se ajustó a pH 2,5 y se mantuvo a 25 °C durante 20 minutos. La mezcla se extrajo del agua nuevamente para obtener pieles y filtrado acidificados en húmedo. Las pieles acidificadas húmedas se
20 volvieron a suspender añadiendo agua de grifo sin filtrar (25 °C). Después del lavado con ácido, se procesaron las muestras E145 y E146 usando las mismas condiciones de reacción. Se añadió carbonato de sodio monohidrato a la mezcla para elevar el pH a pH 10. La mezcla se mantuvo a pH
25 10 durante 2 horas a 25 °C usando un controlador de pH y una bomba peristáltica y una solución de carbonato de sodio

al 25 %. Después, se ajustó el pH de la mezcla de reacción a pH 4-5 añadiendo ácido cítrico monohidratado. Después, la mezcla se lavó con alcohol. Se agitó una cantidad igual de alcohol en la muestra durante 20 minutos. La mezcla se extrajo del agua usando un embudo Buchner y una bomba de vacío con solvente clasificado. El lavado se realizó 2 veces más durante un total de 3 lavados. La materia prima de piel de naranja seca y los productos se colocaron después en un horno y se secaron durante la noche a 40 °C. Los productos secos se probaron para determinar la pectina total, el grado de esterificación (DE) y la resistencia de gel. Se usó material recuperado para formar geles como se describe en el Ejemplo 2. Los geles se midieron para determinar la resistencia de gel usando el método descrito en el Ejemplo 1.

Los resultados se informan en la Tabla 6 que muestra que aunque las muestras E145 y E146 tenían una pectina total y grado de esterificación similares, la muestra lavada con ácido (E145) formó geles mucho más fuertes. Las muestras E145 y E146 también se compararon con piel de naranja seca sin procesar.

Tabla 6

Efecto del lavado con ácido sobre la resistencia de gel que se obtiene de la fibra cítrica gelificante

25

Nombre de la	Lavado con	Pectina total	% de DE	Resistencia de gel
--------------	------------	---------------	---------	--------------------

muestra	ácido	(% de GA)		(g fuerza)
Piel de naranja seca	N/A	45,56	63,04	No gelificado
E146 - 2 h	No	44,47	36,65	62,41
E145 - 2 h	Sí	46,07	32,09	256,63

Ejemplo 6 - Modelado y control de proceso de reacción de desesterificación

5 Se hace referencia a la reacción descrita en el Ejemplo 1. Notablemente, como se indica, la mezcla de reacción se monitoreó con una sonda IR insertada en el recipiente de reacción. Los espectros IR medidos usando espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier

10 (“FTIR”). Un espectrómetro FTIR (Bruker Optics, Matrix MF) acoplado con una sonda de fibra de reflectancia total atenuada (“ATR”, por sus siglas en inglés) de diamante (Bruker Optics, IN356-EX) se instaló junto al tanque de reacción durante las etapas de reacción de procesamiento y

15 de extracción de materiales para recolectar un espectro cada 30 segundos. Los espectros se recolectaron del rango de números de onda de $3500\text{--}650\text{ cm}^{-1}$ que tiene una resolución de 4 cm^{-1} . La sonda (que tiene un diámetro de 12 mm, y una longitud de fibra general de 2 m) se insertó y se aseguró

20 herméticamente en el recipiente durante la longitud de la reacción (hasta 18 horas). El instrumento y la recolección de espectros se controlaron mediante el software OPUS (Bruker Optics).

Para desarrollar un modelo IR para el monitoreo de procesos en tiempo real, primero se usó el sistema en línea (para recolectar espectros IR) en una serie de reacciones (denominadas reacciones de entrenamiento) que producen una amplia gama de productos desesterificados. Los productos en proceso y finales de estas reacciones de entrenamiento se probaron mediante el método de titulación descrito en esta especificación para determinar el grado de esterificación real. Se formuló una regresión de mínimos cuadrados parciales (“PLS”, por sus siglas en inglés) (usando el software OPUS) para correlacionar los espectros en línea recolectados con el grado de esterificación medido usando el método de titulación para desarrollar un modelo para predecir el grado de esterificación de la comparación.

Una vez que se desarrolló el modelo, el modelo se probó en nuevas reacciones para validar el rendimiento de predicción del modelo. Para probar/implementar el modelo desarrollado para el monitoreo del proceso en línea, los espectros IR se recolectan durante la reacción de desesterificación, y el modelo IR se aplica inmediatamente (en tiempo real por software OPUS) en cada espectro para predecir el valor del grado de esterificación en el momento de la recolección. Las muestras se recolectaron al momento que se aplicó el modelo IR y se midió el grado de esterificación usando

titulación para determinar el error de medición del modelo de predicción. La predicción del modelo IR y la medición de titulación del grado de esterificación se informan en la Tabla 7 a continuación.

5 Tabla 7

Comparación del grado de esterificación prevista del modelo FTIR en línea y medido usando titulación

Muestra	Grado de esterificación (% de DE)	
	FTIR en línea	Titulación
Ejecución 1	64,80	62,56
Ejecución 2	46,54	45,45
Ejecución 3	45,19	49,915
Ejecución 4	9,052	11,125
Ejecución 6	13,58	16,445
Ejecución 7	16,04	14,69
Ejecución 8	33,79	31,725
Ejecución 9	43,01	42,11
Ejecución 10	57,15	59,2
Ejecución 11	41,3	36,315
Ejecución 12	1,62	14,44
Ejecución 13	57,95	46,12
Ejecución 14	54,33	62,88
Ejecución 15	54,13	52,79
Ejecución 16	60,67	62,61
Ejecución 17	62,92	61,54
Ejecución 18	46,17	48,59

10 Se desarrolló un segundo modelo para mediciones IR “fuera de línea” rápidas, lo que significa que el modelo de espectro IR se puede aplicar a muestras extraídas de un recipiente de reacción en lugar de medirse dentro del recipiente de reacción lo que permite un cálculo de mayor

grado de esterificación que es posible usando métodos de medición de titulación.

Se obtuvieron muestras de entrenamiento y se midieron los espectros IR utilizando una espectrometría Nicolet iS10 ThermoFisher con accesorio de reflectancia total atenuada (ATR) (PIKE Technologies). Se midió la idoneidad del sistema (es decir, inicio del sistema y la calibración interna) usando el software incorporado y el espectro de fondo. Se obtiene una FTIR superior de banco de la siguiente manera: se colocaron aproximadamente 0,025 g de muestra en polvo sobre una sonda de cristal de diamante. Todos los escaneados se recolectaron del rango de números de onda de $4000 - 650 \text{ cm}^{-1}$ con 32 escaneos, resolución de 4 cm^{-1} y por triplicado. Los modelos de los espectros se desarrollaron a partir de ejecuciones de entrenamiento usando espectros generados a partir de muestras de reacción en línea y de producto final correlacionadas con el grado de esterificación para tales muestras obtenidas usando titulación. Se formuló una regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS) para correlacionar los espectros recolectados con el grado de esterificación medido usando el método de titulación para desarrollar un modelo para predecir el grado de esterificación de la comparación.

Una vez que se desarrolló el modelo, el modelo se probó en nuevas reacciones para validar el rendimiento

de predicción del modelo. Para probar/implementar el modelo desarrollado para el monitoreo del proceso fuera de línea, se recolectaron muestras durante y al final de cada reacción y se escanearon en el instrumento IR, que aplicó el modelo IR para predecir el grado de esterificación. Las mismas muestras también se probaron mediante titulación y los valores del grado de esterificación IR previstos se compararon con el grado medido de esterificación para evaluar la validez del modelo IR.

La predicción del modelo IR y la medición de titulación del grado de esterificación se informan en la Tabla 8 a continuación.

Tabla 8

Comparación del grado de esterificación prevista de modelo de FTIR fuera de línea (muestra) y medido usando titulación

Muestra	Grado de esterificación (% de DE)	
	Método de FTIR fuera de la línea	Método de titulación*
Ejecución 3	50,12	50
Ejecución 4	11,79	11
Ejecución 7	13,78	15
Ejecución 9	39,75	42
Ejecución 12	17,77	14
Ejecución 13	47,60	46
Ejecución 14	62,11	63

* Los valores se redondean al número entero más cercano.

Con referencia a las Tablas 7 y 8, los modelos elaborados como se describieron anteriormente se predicen con precisión del grado de esterificación basado en espectros de FTIR de materiales celulósicos que contienen 5 pectina como se muestra cuando se validan contra los métodos de titulación.