

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT

(11) 161557 B

(21) Patentansøgning nr.: 3669/80

(51) Int.Cl.⁵ A 23 K 1/16

(22) Indleveringsdag: 28 aug 1980

(41) Alm. tilgængelig: 01 mar 1981

(44) Fremlagt: 22 jul 1991

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 29 aug 1979 FR 7921646

(71) Ansøger: *Rhone-Poulenc Industries; 22 Avenue Montaigne; F-75360 Paris Cedex 08, FR

(72) Opfinder: Daniel *Georgen; FR, Jean-Pierre *Tintignac; FR

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Budde, Schou & Co.

(54) Fremgangsmåde til fremstilling af et lysinholdigt præparat, især til fodring af dyr

(56) Fremdragne publikationer

Andre publikationer. Chemical Abstracts, Vol 85 (1976)
Abstract nr. 121810c

(57) Sammendrag:

3669-80

Præparater indeholdende 10-35% lysin og anvendelige ved fodring af dyr, og som er faste, stabile, lette at håndtere og ikke bager sammen i nærværelse af fugtighed, fremstilles ved, at der til koncentreret væske fra en lysinproducerende fermentering sættes en uorganisk tilsætning valgt blandt kalk i nærværelse af carbondioxidgas, magnesiumcarbonat eller blandinger deraf samt eventuelt et uorganisk fyldstof valgt blandt siliciumdioxid, silicater eller aluminiumsilicater.

DK 161557 B

0

Den foreliggende opfindelse angår hidtil ukendte præparater på basis af lysin til fodring af dyr og en fremgangsmåde til fremstilling af disse præparater.

5

Lysin er en essentiel aminosyre for etmavede dyr, der især anvendes ved fodring af sådanne dyr.

10

Lysin kan enten fremstilles ad kemisk vej eller ad biokemisk vej. Selv om de biokemiske metoder er mere økonomiske end de kemiske metoder, kræver ekstraktionen af lysin, der foreløber med relativt lave udbytter, særligt apparatur og anvendelse af kostbare produkter.

15

Når lysinet er beregnet til fodring af dyr, blandes det med forskellige fodermidler, såsom cerealier, hvis sammensætning er ret dårligt defineret. Under disse betingelser synes det ikke at være nødvendigt at anvende rensset lysin.

20

Det er blevet vist, at koncentreret væske fra lysinproducerende fermenteringer har de samme næringsegenskaber som rensset lysin. Biomassen og de forskellige bestanddele af fermenteringsmediet, der er nødvendige for produktionen af lysin, eller deres nedbrydningsprodukter, har ingen uheldig virkning på de behandlede dyr. Sådanne væsker er imidlertid viskose og kan være vanskelige at blande i dyrefoderet. Ved fuldstændig dehydratisering af fermenteringsvæsken fås pastaagtige, klæbende og meget hygroskopiske faste stoffer, der følgelig er vanskelige at håndtere.

25

Det er blevet foreslået, især i SU patentskrift nr. 480.397 og i FR patentansøgning nr. 73.40738, der er offentliggjort under nr. 2.217.347, at fremstille faste præparater ud fra koncentrerede lysin-fermenteringsvæsker, hvortil der sættes dehydratiserende produkter, såsom siliciumdioxidpulver, ekspanderet perlit, benmel, klid, calciumcarbonat eller fluorfrit calciumphosphat. Disse præparater har ikke altid den ønskede stabilitet, er ofte hygroskopiske eller kræver anvendelse af til sætningsstoffet i en sådan mængde, at indholdet af lysin i det færdige præparat er for ringe.

35

Adskillige uorganiske fyldstoffer er blevet prøvet, især visse silicater, såsom talkum, calciumcarbonat (naturligt eller fældet), magnesiumoxid, dicalciumphosphat, calciumchlorid, gips

eller naturligt magnesiumcarbonat, såsom giobertit, der selv om de sættes til lysinkoncentrater i andele (forhold mellem vægten af tilsætningen og vægten af det færdige produkt) på 50% og derover, ikke gør det muligt at opnå et produkt, der
5 har de ønskede fysiske egenskaber.

Det har nu ifølge den foreliggende opfindelse vist sig, at der fås et stabilt fast præparat, der er let at håndtere, ikke bager sammen i nærværelse af fugtighed og har et højt indhold af lysin, når der til en koncentreret lysinholdig fermenteringsvæske sættes en uorganisk tilsætning valgt blandt kalk i nærværelse af carbondioxidgas, fældet magnesiumcarbonat eller blandinger deraf, Det har endvidere vist sig, at der til disse uorganiske tilsætninger kan sættes andre uorganiske fyldstoffer, såsom siliciumdioxid (såsom de, der
15 forhandles af fa. Sifrance under navnene "Tioxolex[®]", "Tioxosil[®]" eller "Zeosil[®]" eller er kendt under navnet "Aerosil[®]"), silicater (såsom "Calsil") eller aluminiumsilicater (såsom ekspanderet perlit).

Opfindelsen angår således en fremgangsmåde til fremstilling af et lysinholdigt præparat, der er fast, stabilt, let at håndtere, ikke bager sammen i nærværelse af fugtighed, er anvendeligt ved fodring af dyr og indeholder 10-35% lysin, hvilken fremgangsmåde er ejendommelig ved, at der til væske fra en lysinproducerende fermentering koncentreret til et
25 tørstofindhold på 50-85% sættes en uorganisk tilsætning valgt blandt kalk i nærværelse af carbondioxidgas, fældet magnesiumcarbonat eller blandinger deraf, eventuelt med en tilsætning af et uorganisk fyldstof valgt blandt siliciumdioxid, silicater og aluminiumsilicater i en sådan mængde,
30 at den uorganiske tilsætning udgør 10-50 vægt-% af det færdige præparat, hvorefter præparatet eventuelt tørres.

De koncentrerede fermenteringsvæsker kan fås ved fjernelse af vandet ved opvarmning, eventuelt under formindsket tryk, af lysin-fermenteringsvæsker. Under denne opvarmning inaktiveres de lysinproducerende mikroorganismer. I industri-

0

el målestok er det særlig interessant at anvende en flerdob-
belt virkende koncentrator. De koncentrerede væsker er tids-
mæssigt stabile, og det i væskerne indeholdte lysin nedbrydes
ikke under oplagringen.

5

Lysin-fermenteringsvæskerne kan fås ved fermentering
af et substrat på basis af melasse i nærværelse af en egnet ly-
sinproducerende mikroorganisme i 30-100 timer. Den producerede
mængde lysin er sædvanligvis mellem 50 og 100 g/liter.

Behandlingen af en koncentreret væske med de her om-
10 handlede tilsætninger kan gennemføres ved forskellige metoder.
Når der anvendes kalk, ulasket eller lasket, er det især muligt
at anvende følgende metoder:

Den mest enkle måde at gå frem på består i at blande u-
lasket kalk med en koncentreret væske indeholdende omkring 60-
15 -85 vægt-% tørstof, hvilket sædvandligvis svarer til et lysin-
indhold på 10-40 vægt-%, i en æltemaskine. Denne metode har
den fordel, at det færdige produkt kan fås direkte uden tør-
ring til slut. Der anvendes fortrinsvis en koncentreret væske,
hvis vandindhold er så lavt som muligt, f.eks. mellem 15 og
20 40%, især mellem 15 og 30%.

Det er muligt at recirkulere en del af det færdige pro-
dukt med det formål at opnå en betydelig nedsættelse af opera-
tionens varighed og eventuelt muliggøre en kontinuerlig proces.

Den koncentrerede væske kan blandes med lasket kalk,
25 men i dette tilfælde er det nødvendigt at tørre det færdige pro-
dukt, for at opnå et produkt med de ønskede egenskaber.

En anden udførelsesform består i at forstøve en vandig
grød bestående af koncentreret væske og kalk i et fluidiseret
lag. Der fås på denne måde et granulat, der må tørres. Ved an-
30 vendelse af denne teknik er det nødvendigt at anvende en koncen-
treret væske, hvis indhold af vand er tilstrækkeligt til, at
grøden let kan passere gennem forstøvningsdysen.

Det er ligeledes muligt at forstøve en vandig grød be-
stående af koncentreret væske og kalk i et forstøvningsapparat.
35 I dette tilfælde må grøden være tilstrækkelig fortyndet til at
kunne transporteres let. I almindelighed giver en væske inde-

holdende 30-50% vand særlig tilfredsstillende resultater ved disse to sidsnævnte varianter.

Disse forskellige udførelsesformer for opfindelsen kan udnyttes industrielt og, især hvad angår de to sidstnævnte, gennemføres kontinuerligt.

Mængden af kalk udtrykt som CaO , der tillader opnåelse af et tilfredsstillende resultat, er sædvanligvis mellem 10 og 50%. Det er fordelagtigt at anvende kalk med ret fin kornstørrelse. En kornstørrelse under 100μ giver særlig tilfredstillende resultater.

Ved de forskellige udførelsesformer er det absolut nødvendigt for at opnå et færdigt produkt med den ønskede kvalitet, af blandingen af kalk og koncentreret væske underkastes indvirkning af carbondioxidgas enten efter eller - fortrinsvis - under blandingsoperationen. For eksempel fører blanding af koncentreret væske med kalk i en tæt æltemaskine eller under nitrogenatmosfære ikke til et tilfredsstillende produkt. Derimod fås der et tilfredsstillende produkt ved at arbejde under en atmosfære af carbondioxidgas i et tidsrum, der kan variere fra nogle minutter til en time alt efter den anvendte mængde kalk, vandindholdet i den koncentrerede væske og den anvendte recirkuleringsgrad. Carbondioxidgassen kan være den i luften indeholdte, men kan også, hvilket foretrækkes, tilføres fra en ydre kilde, eventuelt under tryk. Ydre tilførsel af carbondioxidgas muliggør en betydelig hurtigere størkning og anvendelse af en betydelig ringere mængde kalk. Calciumcarbonatet, der dannes på denne måde muliggør fremstilling af et produkt med den ønskede kvalitet, medens naturligt calciumcarbonat blandet i en koncentreret væske ikke giver et lige så tilfredsstillende resultat.

I almindelighed er indholdet af carbondioxidgas i det færdige produkt, i form af calciumcarbonat, mellem 2 og 30% (udtrykt som calciumcarbonat).

Præparaterne på basis af lysin og kalk fremstillet ifølge den foreliggende opfindelse har form af faste stoffer, der er lette at håndtere, og hvis indhold af forskellige bestanddele især er følgende:

	lysin	20-35%
	tørstof fra væsken (ud over lysin)	40-50%
5	carbondioxid (udtrykt som calciumcarbonat)	8-20%
	samlet mængde calcium	7-14%
	vand	1-5%

10 Sådanne præparater er karakteriseret ved en fremragende stabilitet. Efter seks måneders oplagring ved en temperatur nær 20°C er indholdet af lysin i det færdige produkt uændret.

Desuden er tilstedeværelsen af calcium forenelig med dyrenes fødebehov og udgør ikke nogen ulempe.

15 Når der anvendes fældet magnesiumcarbonat eller en blanding af kalk og fældet magnesiumcarbonat eller en blanding af af kalk og/eller fældet magnesiumcarbonat med andre uorganiske fyldstoffer, såsom siliciumdioxid, silicater eller aluminiumsilicater, kan de samme metoder anvendes.

20 Den samlede mængde tilsat uorganisk fyldstof udgør 10-50 vægt-% af det færdige præparat.

De fremstillede lysinholdige præparater er særlig nyttige ved fodring af dyr. Da de er faste og ikke bager sammen i nærværelse af fugtighed, blandes de perfekt med de
25 fodermidler, der gives til dyrene. På grund af præparaternes stabilitet er det ikke nødvendigt at fremstille det komplette foder umiddelbart før anvendelsen.

Opfindelsen illustreres nærmere ved de følgende eksempler.

30

Eksempel 1.

I en æltemaskine af Kustner-typen, hvis beholder har en kapacitet på 1,6 liter, og som indeholder to ælteskruer med
35 dobbelt-Z-form og skrueformet profil og er forsynet med en kappe, hvori der cirkuleres koldt vand, anbringes 270 g formalet

0

ulæsket kalk. Rotationshastigheden af den langsomme rotor indstilles til 30 o/m, og rotationshastigheden af den hurtige rotor indstilles til 60 o/m. Derefter udhældes 630 g koncentreret fermenteringsvæske deri (indholdende 70 vægt-% tørstof og med et lysinindhold på 21 vægt-%). Efter 5 minutters blanding tilføres en strøm af carbondioxidgas, der er tilvejebragt ved sublimering af tøris. Den pastaagtige blanding størkner efterhånden, og omrøringen bliver vanskelig. Efter ca. 30 minutter smuldrer blandingen og giver klumper af forskellig størrelse. Der fås på denne måde 850 g af et lyst beigefarvet produkt, der består af pulver og små, mere eller mindre hårde klumper og er let at håndtere. Dette produkt indeholder 15 vægt-% lysin. Efter 8 dage ved en temperatur nær 20°C i en fugtighedsmættet atmosfære har produktet optaget 6-7% vand, men det har bevaret sin oprindelige fremtræden og er fortsat let at håndtere.

Eksempel 2.

I en tørre-granulator med fluidiseret lag af typen Strea 1 fra fa. Aeromatic anbringes 100 g af et produkt, der er fremstillet under de i eksempel 1 beskrevne betingelser, har et indhold af kalk (CaO) nær 35% og er formalet og sigtet til en kornstørrelse på 500 μ .

Luftstrømmen reguleres således, at der fås en god fluidisering. Den fordelte luft indeholder carbondioxidgas hidrørende fra sublimering af tøris.

Der fremstilles en grød bestående af 189 g læsket kalk der i forvejen er sigtet til en kornstørrelse på 500 μ , og 438 g koncentreret fermenteringsvæske indeholdende 63% vand, og denne grød forstøves med en hastighed på 2 liter/time på det fluidiserede produkt. Forstøvningens varighed er 18 minutter. I de første 9 minutter er fluidiseringsluftens temperatur 35°C, og den hæves derefter til 48°C. Ved forstøvningens slutning opvarmes luften til 80°C i 10 minutter for at gøre tørringen fuldstændig.

Der fås på denne måde 494 g af et produkt, der har

0

form af et granulat med en kornstørrelse på under 1 mm og med følgende sammensætning:

5

lysine	15%
--------	-----

tørstof fra væsken (ud over lysin)	30%
------------------------------------	-----

kalk (calciumhydroxid)	35%
------------------------	-----

calciumcarbonat	15%
-----------------	-----

10

vand	5%
------	----

15

Efter at være holdt i 115 timer ved en temperatur nær 20°C i en atmosfære med 100% relativ fugtighed har produktet optaget 15% vand, uden at dets fremtræden er ændret. Især er produktet ikke klæbende.

Eksempel 3.

20

Der anvendes et forstøvningsapparat af typen LEA (beskrevet i Informations Chimie, nr. 189 (maj 1979)) med et dobbeltkonuskammer uden kappe, en ringdyse med en indre diameter på 6 mm og en ydre diameter på 8 mm, en propangasbrænder og en pumpe til indføring af grøden, der skal tørres.

25

Der fremstilles en grød bestående af 2,24 kg læsket kalk, 8,32 kg væske indeholdende 3,30 kg vand og 0,6 kg fortyndingsvand. Denne grød indføres ved hjælp af pumpen i forstøvningsapparatet.

De vigtigste arbejdsbetingelser er følgende:

luftstrøm	88 Nm ³ /time
-----------	--------------------------

30

temperatur i dobbeltkonuskammerets ækvatorialplan	170-142°C
---	-----------

cyclonens indgangstemperatur	148-128°C
------------------------------	-----------

grødens tilførselshastighed	35 kg/time
-----------------------------	------------

35

Det tørre produkt udtages ved cyclonens bund.

Det fremkomne produkt har form af et café au lait-farvet,

0

kompakt, ikke støvende og ret godt strømmende pulver. Det indeholder:

	lysine	20,2%
5	kalk (calciumhydroxid)	29,6%
	calciumcarbonat	2,7%
	vand	2,5%

10 Eksempel 4.

Idet der gås frem under de i eksempel 1 beskrevne betingelser, sættes der 374 g koncentreret væske (indeholdende 80 vægt-% tørstof og med et lysinindhold på 22 vægt-%) til 160 g
15 let magnesiumcarbonat fra fa. Prolabo. Efter 2 minutter kan omrøringen standses, og der fås 530 g af et lyst beigefarvet, fritstrømmende pulver.

Eksempel 5.

20

Ved at erstatte 50% af magnesiumcarbonatet med ulæsket kalk og gå frem som i eksempel 4 fås et produkt i form af et fritstrømmende pulver.

25

30

35

P a t e n t k r a v .

1. Fremgangsmåde til fremstilling af et lysinholdigt præparat, der er fast, stabilt, let at håndtere, ikke bager sammen i nærværelse af fugtighed, er anvendeligt ved fodring af dyr og indeholder 10-35% lysin, k e n d e t e g n e t ved,, at der til væske fra en lysinproducerende fermentering koncentreret til et tørstofindhold på 50-85% sættes en uorganisk tilsætning valgt blandt kalk i nærværelse af carbon-dioxidgas, fældet magnesiumcarbonat eller blandinger deraf, eventuelt med en tilsætning af et uorganisk fyldstof valgt blandt siliciumdioxid, silicater og aluminiumsilicater i en sådan mængde, at den uorganiske tilsætning udgør 10-50 vægt% af det færdige præparat, hvorefter produktet eventuelt tørres.
2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den koncentrerede væske blandes med kalk, og blandingen derefter underkastes indvirkning af carbondioxidgas.
3. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at man i en æltemaskine blander den uorganiske tilsætning med den koncentrerede væske og isolerer det fremkomne produkt.
4. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at man forstøver en grød bestående af den uorganiske tilsætning og koncentreret væske i et fluidiseret lag og tørrer det fremkomne produkt.
5. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at man forstøver en grød bestående af den uorganiske tilsætning og koncentreret væske i et forstøvningsapparat og tørrer det fremkomne produkt.