

(19) **DANMARK**



(12) **FREMLÆGGELSESSKRIFT** (11) **147152 B**



DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET

(21) Patentansøgning nr.: **5178/77**

(51) Int.Cl.³: **A 23 K 1/08**
A 23 K 1/16

(22) Indleveringsdag: **22 nov 1977**

(41) Alm. tilgængelig: **24 maj 1978**

(44) Fremlagt: **30 apr 1984**

(86) International ansøgning nr.: --

(30) Prioritet: **23 nov 1976 GB 48808/76**

(71) Ansøger: ***UNILEVER N.V.; Rotterdam, NL.**

(72) Opfinder: **John William *Chidlow; GB, Philip *Porter; GB.**

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

(54) **Fremgangsmåde til fremstilling af en forblanding
til foderbrug**

DN 147152 B

0

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til fremstilling af en forblanding til foderbrug i form af en fritstrømmende partikelformet sammensætning, ved hvilken en mindre mængde aktiv bestanddel såsom en oral vaccine, et vitamin eller et sporstof dispergeres ensartet gennem et bæremateriale, som udgør hovedmassen af forblandingen.

5

Sådanne forblandinger anvendes for at lette indblandingen af disse mindre mængder aktive bestanddele i foder på homogen måde.

10

I det følgende vil betegnelsen "den aktive bestanddel" altså dække sådanne vigtige komponenter som en oral vaccine eller en ernæringsmæssig essentiel bestanddel.

15

Sædvanlige forblandinger, som typisk omfatter den aktive bestanddel dispergeret med mekaniske midler i en tør bærer som f.eks. mel eller et andet formalet kornprodukt, er tilbøjelige til at opføre sig utilfredsstillende, fordi det er vanskeligt at opnå en ensartet fordeling af den aktive bestanddel gennem hele bærermassen ved simpel sammenblanding, især i tilfælde, hvor den aktive bestanddel er lettest at håndtere som en væske. Gennem nærværende opfindelse tilvejebringes der en fremgangsmåde til fremstilling af forblandinger, som kun omfatter simple trin, og som fører til større ensartethed ved den aktive bestanddels fordeling.

20

25

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er ejendommelig ved, at bærematerialet omfatter en tør, partikelformet blanding af et mel og en lactose-kilde, idet lactoseindholdet i blandingen er fra 20 til 50 vægt%, og at forblandingen dannes ved intens omrøring af bærematerialet og samtidig sprøjtning af det med en vandig opløsning eller opslæmning af den aktive bestanddel, idet opløsningen eller opslæmningen påføres i en mængde fra 1 til 12 vægt% af bærematerialet.

30

35

Fortrinsvis er lactose-indholdet i den tørre partikelformede blanding mindst 22 vægt%, og ideelt er lactose-indholdet mindst 25 vægt%. Fortrinsvis er lactose-ind-

0

holdet i den tørre partikelformede blanding ikke større end 45 vægt% og ideelt ikke større end 35 vægt%.

Fortrinsvis er den mængde opløsning eller opslæmning, som den tørre partikelformede blanding påføres, mindst 2 vægt%, og fortrinsvis er den ikke større end 10 vægt%, ideelt ikke større end 6 vægt%.

Melet bør sammen med lactosekilden udgøre hovedmassen af den tørre, partikelformede blanding, men andre materialer kan dog være til stede i en samlet mængde, som ikke overskrider f.eks. 15 vægt% af den tørre partikelformede blanding, forudsat at ethvert sådant yderligere materiale ikke utilbørligt påvirker strømningssegenskaberne for den tørre partikelformede blanding eller de ønskede egenskaber for den dannede forblanding.

Melet er et pulver, som er i hovedsagen lactosefrit, og som kun er lidt opløseligt i vand. Der kan anvendes mange forskellige melsorter, der almindeligvis anvendes som bestanddele i foder, f.eks. malet korn, bønnemel og sojamel, forudsat at der deri ikke findes for mange olieagtige eller vandopløselige komponenter, samt endvidere organiske spildprodukter og fyldstoffer, der anvendes i animalske foderstoffer, f.eks. roepulp, kartoffelpulp og fjermelet, samt uorganiske fyldstoffer, såsom kaolin, kaolinit, silica og kridt. Fortrinsvis skal det valgte mel inkorporeres i en mængde på op til mindst 0,5 vægt% i det færdige foder, og ideelt skal det inkorporeres i en mængde på mindst 1,5 vægt%. Ideelle i handelen værende melsorter er f.eks. hvedemel, majsmel, risemel og kartoffelmel. De fleste i handelen værende melsorter indeholder ca. 12 vægt% vand, og disse produkter kan anvendes til fremstilling af acceptable forblandinger ifølge opfindelsen, men det er at foretrække at anvende tørrede melsorter, dvs. mel med et fugtighedsindhold på mindre end 10 vægt%, idet der hermed kan fås en længere opbevaringsholdbarhed for forblandingen.

Lactosekilden kan være et hvilket som helst i handelen forekommende lactoseholdigt produkt, som har et tilstrækkeligt højt lactose-indhold og ikke indeholder kende-

0 lige mængder af nogen anden bestanddel, som kan påvirke
dannelse af forblendingen eller dens egenskaber. Et ind-
hold på 50 vægt% lactose kan betragtes som et praktisk
minimum i det fleste tilfælde, og et højere indhold vil
5 almindeligvis være at foretrække. Fedt er et eksempel på
en bestanddel, der kan være uønsket i lactosekilden eller
endda generelt i forblendingen, og derfor bør lactosekil-
der med højt fedtindhold undgås. Af denne grund er skum-
metmælk ikke at anbefale til anvendelse som den egentlige
10 lactosekilde, selv om der i nogle tilfælde kan inkorpo-
reres mindre mængder skummetmælkpulver, forudsat at hoved-
massen af lactosen i forblendingen kommer fra en anden
kilde. Rent lactosepulver kan anvendes som lactosekilde,
men det er forholdsvis dyrt og er derfor kun at foretrak-
15 ke, når andre lactosekilder af smagsmæssige grunde ville
være uegnede.

Ved en særlig foretrukken udførelsesform for frem-
gangsmåden ifølge opfindelsen ved fremstilling af forblan-
dinger til foderstoffer er den inkorporerede lactosekil-
20 de vallepulver, der typisk indeholder ca. 75 vægt% lac-
tose. Ved denne udførelsesform bør den tørre partikel-
formede blanding omfatte fra 40 til 70 vægt% mel og fra
60 til 30 vægt% vallepulver. Fortrinsvis udgør melet mindst
50% og ideelt mindst 55 vægt% af den tørre partikelfor-
25 mede blanding, og fortrinsvis udgør melet ikke mere end
65 vægt% af den tørre partikelformede blanding. Fortrins-
vis udgør vallepulveret mindst. 35 vægt% af denne blan-
ding, og fortrinsvis udgør vallepulveret ikke mere end 50,
ideelt ikke mere end 45 vægt% af den tørre partikelfor-
30 mede blanding.

En yderligere udførelsesform for fremgangsmåden
ifølge opfindelsen består i, at der i forblendingen in-
korporeres en lille mængde af en svag, spiselig syre, og
denne kan da fortrinsvis udgøre fra 1 til 10 vægt% af for-
35 blandingen. Ideelt udgør syren mindst 2 vægt% og ikke mere
end 6 vægt% af forblendingen. Selv om syren almindeligvis
kan inkorporeres i den tørre, partikelformede blanding,

0 som påføres opløsningen eller opslæmningen, kan det i
nogle tilfælde være praktisk og nyttigt at inkorporere
noget af eller al syren i opløsningen eller opslæmning-
gen. Citronsyre er at foretrække, men andre spiselige
5 syrer såsom vinsyre og ascorbinsyre kan også anvendes.
Endvidere kan der anvendes spiselige syresalte såsom
natrium-di-hydrogenphosphat i tilfælde, hvor tilstedeværelse
af natrium ikke vil føre til uønskede problemer med hensyn
til saltbalancen hos dyr, der indtager foderet. Fra in vitro-forsøg
10 kan det slutes, at tilstedeværelse af den svage, spiselige syre
forøger frigørelsen af den aktive bestanddel, når foder indeholdende
forblandingen kommer ned i tarmen.

Ved endnu en udførelsesform inkorporeres der et acceptabelt
15 farvemiddel i den vandige opløsning eller opslæmning, som
påføres den tørre, partikelformede blanding, og fortrinsvis er
dette farvemiddel vandopløseligt. Formålet dermed er at sikre, at
det bliver tydeligt at se fordelingen af den vandige opløsning
eller opslæmning gennem hele den tørre, partikelformede blanding.
20 Den valgte farve skal derfor være således, at den er tydelig at
skelne fra grundfarven for den tørre partikelformede blanding.
I de fleste tilfælde vil grundfarven for denne blanding være i
hovedsagen hvid. Bortset fra dette ønske og ønskeligheden af
at anvende et farvemiddel, som er effektivt i forhold til prisen,
25 er valget af farve udelukkende et æstetisk spørgsmål.

Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen udnyttes lactoses
evne til at absorbere små mængder vand under dannelse af
30 et glaslignende stof. I en forblanding fremstillet ved fremgangsmåden
ifølge opfindelsen er det konstateret, at forblandingen omfatter
en mangfoldighed af små hårde partikler, som hver består af
mel bundet sammen af lactose-glasset og ensartet fordelt gennem
hele massen af tør partikelformet blanding. Det er endvidere
35 konstateret, at den aktive bestanddel vil være næsten fuldstændig
at finde i de lactose-bundne partikler, hvilket fremgår tydeligt, når

0

der også er inkorporeret et farvestof, fordi det da ses tydeligt, at farven er koncentreret i de lactosebundne partikler.

5 På grund af den kritiske udvælgelse af mængdeforholdene mellem lactosen og melet repræsenterer den forblanding, som fås ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen, et produkt med en ensartet fordeling af partikler indeholdende den aktive bestanddel igennem hele den enkelte partikels masse og dog i form af et fritstrømmende, partikelprodukt, som kun har ringe tilbøjelighed til at sammenklumpe eller segregere. Desuden er det ved hjælp af 10 farvestoffet, når et sådant inkorporeres, muligt at konstatere den ensartede fordeling af partiklerne indeholdende den aktive bestanddel. Den ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen fremstillede foderforblanding har den yderligere fordel, at de enkelte partikler indeholdende de aktive bestanddele kan adskilles fysisk fra hovedmassen af melet, der stadig foreligger som pulver, f.eks. med hånden eller ved sigtning, og prøvning af den aktive bestanddel kan da let udføres på de fraskilte partikler. 20

De ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen opnåede forblandinger er anvendelige til mange forskellige aktive bestanddele, men en foretrukken anvendelse af disse forblandinger er til inkorporering af orale vacciner i fodere. 25 Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er således ideelt egnet til fremstilling af forblandinger indeholdende endotoksiner stammende fra bakteriestammer, der er impliceret i gastro-intestinale forstyrrelser. Da sådanne endotoksiner er i hovedsagen fri for indhold af levende bakterier, frembringer de ved oral indgivning en i høj grad effektiv 30 immunreaktion over for bakterierne. Især gælder det for *Escherichia coli*, og også andre tarminfektionsbakterier har vist sig modtagelige. Der er til svin udviklet en oral vaccine, hvori endotoksinerne stammer fra en eller flere af 35 *E. coli*-stammerne 08, 045, 0138, 0139, 0141, 0149 og 0157, og et foder indeholdende en sådan oral vaccine er beskrevet.

0

vet i britisk patentskrift nr. 1.336.015. En analog oral vaccine til kalve indeholder endotoksiner fra en eller flere af E. coli-stammerne 08, 09, 015, 026, 078, 086, 0114, 0115, 0137 og 0139. Kalvevaccinen kan desuden med fordel indeholde endotoksiner stammende fra Salmonella dublin og/eller Salmonella typhimurium, og et foderstof indeholdende en sådan oral vaccine findes beskrevet i britisk patentskrift nr. 1.401.280, medens en lignende oral vaccine til lam indeholdende endotoksiner fra E. coli-stammerne 08, 09, 015, 020, 078, 0114, 0137 og 0139 og en oral vaccine indeholdende disse endotoksiner findes beskrevet i britisk patentskrift nr. 1.462.384.

Alternative aktive bestanddele omfatter antibiotika såsom anticoccidiale lægemidler, hormoner, vitaminer såsom A og D og provitaminer såsom β -caroten, samt sporstoffer og mineraler såsom kilder for calcium, phosphor, jern, mangan, kobber og iod, samt vækstfremmere, foruden aromastoffer og parfumer. Behovet for, at sådanne aktive bestanddele findes i dyrefoder, er velkendt og vel-dokumenteret i den tekniske litteratur, hvilket også gælder arten af sådanne aktive bestanddele og den grad, hvori de kan fås kommercielt.

Koncentrationen af de aktive bestanddele i den vandige opløsning eller opslæmning er ikke kritisk, bortset fra, at opløsningens eller opslæmningens viskositet skal være således, at opløsningen eller opslæmningen kan udsprøjtes som meget fine dråber på den tørre partikelformede blanding.

Forblandinger indeholdende mere end én aktiv bestanddel kan også fremstilles ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen, og alle de pågældende aktive bestanddele kan da om ønsket inkorporeres i en enkelt vandig opløsning eller opslæmning. I nogle tilfælde kan dog en ikke-samtidig påføring af særskilte opløsninger eller opslæmninger af de enkelte aktive bestanddele være praktisk og fordelagtig. Når der anvendes særskilte opløsninger eller opslæmninger, kan inkorporering af tydeligt forskelli-

0

ge farvemidler i hver opløsning eller opslæmning muliggøre, at partikler indeholdende de forskellige aktive bestanddele kan identificeres i den opnåede forblanding, f.eks. til sikkerhed for landmanden, der bruger flere forskellige typer forblandinger til forskellige dyr.

5

Den fysiske fremstilling af forblandingerne kan ske under anvendelse af et hvilket som helst sædvanligt apparatur, der er i stand til at give intens omrøring af et partikelformet materiale og samtidigt at sprøjte en væske fint ud på dette materiale. Der kan anvendes vandrette båndblandere, men der kan også anvendes lodrette sprayblandere såsom "Schugi"-blanderen. Om ønsket kan forblandingen fremstillet i et fluidiseret lag udstyret med et sprøjtehoved for opløsningen eller opslæmningen.

15

Det vil være klart, at partikelstørrelsen af de materialer, der udgør den tørre partikelformede blanding, og også dråbestørrelsen for den derpå sprøjtede opløsning eller opslæmning vil påvirke de partikelstørrelser, der findes i den opnåede forblanding. Ved variation af disse parametre er det muligt at fremstille forblandinger, der har forskellig partikelstørrelsesfordelinger, og hvori den aktive bestanddel findes i et stort antal meget små partikler eller i et mindre antal forholdsvis store partikler. Fremgangsmåden ifølge opfindelsen gør det således muligt at frembringe forblandinger til opfyldelse af forskellige produkt-ønsker. De generelle principper, der bestemmer virkningen, er substratets partikelstørrelse, opløsningens eller opslæmningens viskositet, sprøjtedysens form og sprøjtestrykket, hvilket er velkendt for sagkyndige inden for fødevareteknologien og beslægtede områder, og den teknik, der kræves til den fysiske fremstilling af en forblanding som den her omhandlede, er i sig selv kun standard-teknologi.

25

30

Hvad angår partikelstørrelsen for bestanddelene i den tørre partikelformede blanding, har det vist sig, at i handelen værende standard-bestanddele er ganske

35

0 fyldestgørende. Standard-melsorter, hvori f.eks. alle partiklerne undtagen en ganske lille mængde er mindre end 200 μ i diameter, er således fuldstændig velegnede, og dette gælder også for i handelen værende vallepulver og lactosepulver. Generelt kan det angives, at hver bestanddel i 5 den tørre, partikelformede blanding fortrinsvis skal have en sådan partikelstørrelse, at mindst 80 vægt% af bestanddelen vil passere gennem en 500 μ -sigte, og ideelt at mindst 90 vægt% af hver bestanddel vil passere gennem en 10 sådan sigte.

Fortrinsvis skal den mængde opløsning eller opslæmning, der påføres på den tørre partikelformede blanding, og de anvendte sprøjtebetingelser vælges således, at den opnåede forblanding pr. gram indeholder mindst 1000 lactose- 15 -bundne partikler med indhold af aktive bestanddele. Ideelt vil en ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen opnået forblanding indeholde et endnu højere antal af lactosebundne partikler med indhold af aktive bestanddele, og der bør sigtes efter et indhold på mindst 2000 lactosebundne partikler indeholdende den aktive bestanddel for hvert gram 20 af forblandingen. I en ideel forblanding vil mindst 95 vægt% af den aktive bestanddel være indeholdt i særskilte lactosebundne partikler, der kan adskilles fra forblandings hovedmasse.

25 De ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen opnåede forblandinger kan inkorporeres i foderstoffer ved simpel indblanding, idet mængden af forblanding for hver vægt del af foderet vælges under hensyntagen til koncentrationen af den aktive bestanddel i forblandingen og den koncentration 30 af den aktive bestanddel, der ønskes i foderet. Ved fremstilling af blandede foderstoffer kan forblandingen sættes til næringsstofferne i formalingstrinet.

De følgende eksempler skal tjene til nærmere illustrering af fremgangsmåden ifølge opfindelsen.

0

Eksempel 1

Der fremstilles 250 kg af en tør, partikelformet foderforblanding ved sammenblanding af følgende bestanddele:

5	<u>Bestanddele</u>	<u>Vægt%</u>
	tørret hvedemel	58
	ostevallepulver	38
	citronsyre	4

10 Det tørrede hvedemel er et i handelen værende produkt indeholdende 4,8 vægt% vand (som fugt), og over 99 vægt% af melet passerer gennem en 195 μ -sigte. Ostevallepulveret er også et i handelen værende produkt, der indeholder 6,1 vægt% vand (som fugt), og over 99 vægt% af det passerer gennem en 532 μ -sigte og over 68 vægt% gennem en
15 195 μ -sigte.

Den tørre partikelformede blanding ledes derefter til en Gardner-mixer med vandret bånd og udstyret med seks hulkegle M2-sprøjtedyser. Medens den tørre blanding omrøres intenst i blandeapparatet, sprøjtes den med 12,5 liter (5
20 vægt%'s) af en vandig opslæmning af E. colo-endotoksinmateriale fremstillet på den i eksempel 3 i britisk patentskrift nr. 1.366.015 beskrevne metode A, og hvori er inkorporeret 125 g af et i handelen værende, rødt azo-farvestof af fødekvalitet. Opslæmningens aktivitet er 3000 hæmagglutinationsenheder af endotoksiner for hver E. coli-serotype pr. ml. Sprøjtetiden er 30 minutter. Sammenblandingen fortsættes i flere minutter efter afslutningen af
25 sprøjtningen til sikring af en jævn fordeling af bestanddelene i forblandingen.

30 Den herved opnåede forblanding består af et fritstrømmende pulver af tilsyneladende meget svag lyserød farve, nemlig et hvidt melpulver, hvorigennem der ensartet dispergeret findes et stort antal af små bitte, hårde, intensivt rødfarvede partikler.

35 De intensivt farvede partikler lader sig let adskille fra forblandingens hovedmasse, og analyse viser, at over 98% af både farvestoffet og vaccine-aktiviteten fore-

0

kommer i de intensivt farvede partikler.

En partikelstørrelsesanalyse af forblandingen giver følgende resultat.

	<u>Partikeldiameter (/u)</u>	<u>Vægt% af forblandingen</u>
5	> 1999	0,4
	800 - 1999	3,4
	600 - 799	2,6
	350 - 599	4,0
	250 - 349	6,4
10	149 - 249	17,0
	125 - 148	11,4
	74 - 124	38,6
	< 74	16,2

15

En partikeltælling udført på en prøve af forblandingen viser, at der i hvert gram af denne findes ca. 5000 intensivt farvede, lactosebundne partikler.

Denne forblandingen inkorporeres derefter i mængder på 0,5, 1,0 og 1,5 vægt% i et standardfoder til grise-
 20 polte, og foderblandingen formales og pelletteres til dannelse af små pellets, nemlig ca. 10 pellets pr. gram foder. Gennemsnitligt må således hver pellet indeholde 2,5 lactosebundne partikler inkorporeret i en mængde på 0,5%.
 25 Grise fodres med dette foder og accepterer det godt, idet de tillige opnår de profylaktiske fordele, der er beskrevet i britisk patentskrift nr. 1.366.015.

Eksempel 2 og 3

Fremgangsmåden ifølge eksempel 1 gentages med to
 30 yderligere portioner på 250 kg af en tør partikelfor-
 met blanding som den i eksempel 1 anvendte, idet dog begge portioner i dette tilfælde sprøjtes med 7 liter (2,8 vægt%) af den vandige opslæmning, og i eksempel 3 erstattes sprøjtedyserne M2 med dyser M6. Sprøjtetiden i ek-
 35 sempel 2 er 12 minutter, og i eksempel 3 er den 5,5 minutter. Som i eksempel 1 opnås en forblanding bestående af et stort antal meget små, intenst farvede partikler ensartet

0

fordelt gennem et svagtfarvet pulver. Dysen M6 bevirker
dannelse af nogle større partikler, hvilket stemmer med
den større dråbestørrelse, som denne dyser giver, men for-
blandingen ifølge eksempel 3 er på ingen måde ringere end
5 forblandingen ifølge eksempel 2. En partikelstørrelses-
analyse på hver forblanding giver følgende resultat.

<u>Partikeldiameter (μ)</u>		<u>Vægt% af forblandingen</u>	
		<u>Eksempel 2</u>	<u>Eksempel 3</u>
	1999	0,2	0,4
10	800 - 1999	0,4	3,6
	600 - 799	0,6	3,0
	350 - 599	2,2	2,2
	250 - 349	6,4	2,6
	149 - 249	50,6	29,6
15	125 - 148	11,4	13,4
	74 - 124	15,0	29,6
	74	13,2	15,4

Forblandingerne ifølge eksempel 2 og 3 inkorporeres
20 hver for sig i standard-svinefoder og giver fremragende re-
sultater ved fodringsprøver.

0

P a t e n t k r a v .

1. Fremgangsmåde til fremstilling af en forblan-
ding til foderbrug i form af en fritstrømmende, parti-
kelformet sammensætning, ved hvilken en mindre mængde ak-
5 tiv bestanddel såsom en oral vaccine, et vitamin eller et
sporstof dispergeres ensartet gennem et bæremateriale, som
udgør hovedmassen af forblandingen, k e n d e t e g n e t
ved, at bærematerialet omfatter en tør, partikelformet
blanding af et mel og en lactose-kilde, idet lactoseind-
10 holdet i blandingen er fra 20 til 50 vægt%, og at for-
blandingen dannes ved intens omrøring af bærematerialet
og samtidig sprøjtning af det med en vandig opløsning eller
opslæmning af den aktive bestanddel, idet opløsningen el-
ler opslæmningen påføres i en mængde fra 1 til 12 vægt% af
15 bærematerialet.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g -
n e t ved, at melet har et fugtighedsindhold på mindre
end 10 vægt%.

3. Fremgangsmåde ifølge krav 1 eller 2, k e n d e -
20 t e g n e t ved, at lactosekilden er vallepulver.

4. Fremgangsmåde ifølge krav 3, k e n d e t e g -
n e t ved, at bærematerialet omfatter fra 40 til 70 vægt%
mel og fra 60 til 30 vægt% vallepulver.

5. Fremgangsmåde ifølge krav 4, k e n d e t e g -
25 n e t ved, at bærematerialet omfatter fra 50 til 65 vægt%
mel og fra 50 til 35 vægt% vallepulver.

Fremdragne publikationer:
