



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 272 098**

51 Int. Cl.:
A23K 1/00 (2006.01)
A23K 1/165 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **99969217 .1**
86 Fecha de presentación : **18.12.1999**
87 Número de publicación de la solicitud: **1139780**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **10.10.2001**

54 Título: **Procedimiento para la obtención de granulados que contienen enzimas.**

30 Prioridad: **22.12.1998 DE 198 59 385**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2007

73 Titular/es: **BASF Aktiengesellschaft
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es: **Harz, Hans-Peter;
Heinzl, Wolfgang;
Schöner, Franz-Josef;
Betz, Roland y
Kessler, Thomas**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 272 098 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la obtención de granulados que contienen enzimas.

5 La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento para la obtención de granulados que contienen enzimas apropiados para la alimentación de animales mediante mezclado de al menos un enzima con un material soporte, y extrusión de esta mezcla.

10 El empleo de materiales que contienen enzimas en la alimentación de animales es conocido generalmente. Tales agentes actúan favoreciendo la digestión, y mejoran de este modo el aprovechamiento del pienso y la absorción de energía del pienso.

15 En la EP-B 257 996 se describen mezclas previas que contienen enzimas para la alimentación de animales, que se obtienen mediante absorción de disoluciones de enzimas acuosas sobre un soporte a base de cereales, con subsiguiente peletizado del complejo soporte-enzima.

20 Por la WO 97/12958 es conocida la obtención de microgranulados que contienen enzimas mediante granulado en lecho fluidizado, aplicándose una mezcla previa constituida por una disolución de enzimas acuosa y un agente aglutinante en lecho fluidizado sobre un soporte, y dotándose a continuación de un revestimiento constituido por un polímero hidrosoluble el material obtenido de este modo.

25 En la EP-B 564 476 se describe un procedimiento para la obtención de granulados enzimáticos mediante extrusión de una mezcla previa de enzimas susceptible de esparcido, producida mediante mezclado de un caldo de fermentación con cargas.

No obstante, los procedimientos conocidos son relativamente costosos, y los productos formados dejan aun espacio para mejoras respecto a la estabilidad de producto y la distribución de tamaños de grano.

30 También la WO 97/12958 da a conocer la obtención de granulados que contienen enzimas para la alimentación de animales. La tarea de la presente invención era encontrar un procedimiento para la obtención de granulados que contienen enzimas para el empleo en la alimentación de animales, que conduzca a propiedades de producto mejoradas.

35 Por consiguiente se encontró un procedimiento para la obtención de granulados enzimáticos apropiados para la alimentación de animales mediante mezclado de al menos un enzima con un material soporte y extrusión de esta mezcla, que está caracterizado porque en primer lugar se plastifica el material soporte en una amasadora helicoidal equipada con al menos una hélice dispuesta horizontalmente, después se introduce el enzima en la amasadora helicoidal, y se elabora con el material soporte plastificado para dar una masa homogénea, y se extrusiona la misma.

40 El procedimiento según la invención es apropiado en principio para la elaboración de todos los enzimas o mezclas de enzimas, en especial para aquellos que son apropiados para la alimentación de animales. Como enzimas entran en consideración, a modo de ejemplo:

45 oxidorreductasas, transferasas, liasas, isomerasas o ligasas, y en especial hidrolasas. Las hidrolasas, es decir, enzimas que pueden ocasionar una disociación hidrolítica de enlaces son, a modo de ejemplo, esteratas, glicosidasas, eter-hidrolasas, proteasas, amidasas, aminidasas, nitrilasas o fosfatasas. A las glicosidasas pertenecen, a modo de ejemplo, tanto endo-, como también exo-glicosidasas, que pueden disociar enlaces tanto α , como también β -glicosídicos, por ejemplo amilasas, maltasas, celulasas, endo-xilanasas, β -glucanasas, mañanazas, o lisozima, además galactosidasas o β -glucuronidasas. Preferentemente se elaboran enzimas que disocian polisacárido no de almidón. Es especialmente preferente fitasa.

50 Los enzimas se emplean generalmente como disoluciones acuosas, preferentemente como retentatos acuosos de una ultrafiltración, como se obtienen de modo conocido en sí a partir de procesos de fermentación.

55 La masa seca de enzimas se sitúa en el intervalo de un 15 a un 35, preferentemente un 20 a un 35% en peso, en el caso de 10.000 a 35.000 IU/g. Las disoluciones de enzimas acuosas se emplean en cantidades tales que en el granulado están contenidas 1.000 a 8.000 unidades/gramo.

60 No obstante, también se pueden emplear los enzimas en las correspondientes cantidades en forma de polvos desecados.

Son especialmente preferentes ultrafiltrados de fitasas según la invención.

65 Como sustancias auxiliares para la matriz soporte, en principio son apropiadas todas las sustancias auxiliares aptas para la alimentación de animales, que liberan suficientemente rápido los enzimas bajo las condiciones de pH en el tracto digestivo, y presentan una buena compatibilidad con los enzimas. Las sustancias auxiliares apropiadas son, a modo de ejemplo, agentes aglutinantes polímeros, como polivinilpirrolidona, copolímeros de N-vinilpirrolidona y N-vinilacetato, como por ejemplo un copolímero de VP-Vac 6+4, o derivados de celulosa, como hidroxipropilcelulosa,

ES 2 272 098 T3

o preferentemente hidroxipropilmetilcelulosa, además de acetato de polivinilo, alcohol polivinílico, poliacrilatos o polimetacrilatos.

5 Del mismo modo son apropiados productos de cereales, como por ejemplo engrudo de cereales, o productos lácteos, como por ejemplo polvo de leche desnatada. Como materiales soporte, en especial también son apropiadas grasas y ceras.

10 Del mismo modo son apropiados todos los tipos de almidones, además de oligosacáridos, como las dextrinas, así como los di- y monosacáridos, como por ejemplo sacarosa, lactosa, fructosa, galactosa, manosa o sorbosa. Como materiales para la mezcla soporte entran en consideración además polietilenglicoles de bajo peso molecular, con pesos moleculares de 200 a 20.000 g/mol, preferentemente 5.000 a 8.000 g/mol. Del mismo modo son apropiados copolímeros en bloques de polioxietileno-polioxipropileno, que también son conocidos como poloxámeros.

15 Como materiales soporte se emplean de modo especialmente preferente mezclas de almidón y polietilenglicoles.

Además, a los materiales soporte se pueden añadir también gelatinas u otras proteínas en cantidades de hasta un 50% en peso. Del mismo modo, los materiales soporte pueden contener aditivos inorgánicos, como cal, bentonitas o silicatos. La fracción de materiales soporte en el peso total de los granulados asciende, referido al peso seco de los granulados, hasta a un 99,9% en peso, preferentemente un 50 a un 99% en peso, de modo especialmente preferente un 20 88 a un 98% en peso.

Adicionalmente, aún se pueden añadir a los materiales soporte sustancias minerales, como por ejemplo sulfato de magnesio, sulfato de cinc o sulfato sódico. Además, para el ajuste de valores de pH puede ser útil también la adición de otras sales, como por ejemplo acetatos, tartratos o citratos.

25 Según la invención se pueden reunir todos los componentes para el material soporte para dar una mezcla previa, e introducirlos en una amasadora helicoidal, o también añadir componentes de sustancias auxiliares aislados en un momento posterior durante la extrusión.

30 Para el mezclado y homogeneizado de los materiales soporte y del ultrafiltrado que contiene enzimas o del polvo desecado que contiene enzimas son apropiadas todas las amasadoras helicoidales con al menos una hélice aplicada horizontalmente. El procedimiento según la invención permite, además del empleo de extrusoras monohusillo, también el empleo de extrusoras de varios ejes engranados o no engranados, en especial de extrusoras de husillo doble, que pueden girar en el mismo sentido o en sentido contrario.

35 Según la invención, en primer lugar se plastifican los componentes de la matriz soporte en una amasadora helicoidal mediante alimentación de energía mecánica y térmica. Según tipo de materiales soporte, esto se puede llevar a cabo, a modo de ejemplo, mediante fusión de los componentes. El plastificado se puede llevar a cabo a temperaturas en el intervalo de 20 a 250°C.

40 Después de que los materiales soporte, o bien sus mezclas, están suficientemente plastificados y homogeneizados, se efectúa un enfriamiento de la masa, y a continuación la introducción del ultrafiltrado o del polvo desecado que contiene enzimas en la amasadora helicoidal. La introducción se puede efectuar, por ejemplo, alimentándose el ultrafiltrado acuoso o el polvo desecado que contiene enzimas al canal helicoidal a través de dispositivos de dosificación apropiados. La temperatura de masa de los materiales soporte asciende preferentemente a no más de 70°C, de modo especialmente preferente 20 a 60°C en este punto.

50 La longitud del canal helicoidal se selecciona preferentemente de modo que el tiempo de residencia total de la masa en la extrusora asciende a menos de 10 minutos, preferentemente menos de 2 minutos. En especial en tramos de extrusora en los que la temperatura de masa asciende a más de 30°C, el tiempo de residencia debe ascender a menos de 2 minutos.

55 A continuación del homogeneizado, por regla general se efectúa la descarga de la extrusora y el conformado. En este caso, la masa homogeneizada se puede extrusionar a través de una tobera, o a través de una placa perforada. Las barras salientes se pueden conformar mediante desprendimiento en caliente o frío para dar granulados divididos igualmente.

60 También se puede efectuar un secado parcial de la masa en la extrusora mediante aplicación de un vacío. También se pueden descargar directamente granulados de la extrusora, y precisamente de tal manera que las hélices estén equipadas con elementos de molturado en su extremo situado en la cabeza de la extrusora. La extrusión se efectúa entonces a través de la cabeza de la extrusora abierta.

En caso deseado, los granulados obtenidos se pueden someter a continuación a un proceso de secado adicional.

65 Los granulados que contienen enzimas obtenidos conforme al procedimiento según la invención presentan tamaños de grano medios en el intervalo de 500 a 2.000 μm , preferentemente de 500 a 1.000 μm .

ES 2 272 098 T3

Son apropiados para empleo en piensos para aves, cerdos, terneros, o para empleo en piscicultura, a modo de ejemplo en alimentación de truchas o salmones.

5 Para la obtención de los aglomerados de pienso, los granulados enzimáticos se mezclan con un pienso. En general, por ejemplo en el caso de piensos que contienen fitasa, se ajustan contenidos de algunas decenas a algunos cientos de ppm de fitasa. A continuación se peletiza el pienso, pudiéndose emplear todos los tipos comerciales de prensas de peletizado. A todas estas prensas de peletizado es común que en primer lugar se acondiciona el pienso mediante introducción de vapor, y a continuación se prensa el mismo a través de la matriz. Según matriz, de este modo se pueden obtener aglomerados de 2 a 12 mm de tamaño de grano. En el caso de prensado de los aglomerados a través de la matriz se alcanza la carga de temperatura máxima del proceso de peletizado. En este caso se pueden alcanzar 10 temperaturas de 60 a 100°C.

15 Para la valoración de la estabilidad de los enzimas de piensos en el peletizado se estableció un peletizado estándar. En este caso, para la mejora de la determinación analítica del contenido se aumenta la dosificación de enzima en el pienso. El proceso de peletizado se lleva a cabo de modo que siempre se alcance una temperatura de peletizado de 80°C. Del pienso peletizado se determina la actividad del enzima en comparación con la actividad de partida, corrigiéndose, en caso dado, en el contenido en enzima nativa. Para el control se peletiza concomitantemente y se analiza siempre un estándar.

20 Debido a su distribución de tamaños de grano conveniente, y el alojamiento del material enzimático en una matriz estabilizante, los granulados presentan una buena termoestabilidad, en especial en el caso de elaboración para dar comprimidos de piensos.

Ejemplos

25 Descripción de procedimiento general

La obtención de los granulados se efectúa en una extrusora de husillo doble de tipo ZSK 30, firma Werner & Pfeleiderer. La extrusora se acciona con el siguiente perfil de temperaturas:

30 embolada 1: 40°C; embolada 2: 100°C; embolada 3: 120°C; embolada 4: 60°C;
embolada 5: 45°C; embolada 6: 45°C; embolada 7: 45°C.

35 La adición de disolución enzimática se efectúa en la embolada 6. La masa se extrusiona a través de una placa perforada y se seca.

De este modo se pueden elaborar formulaciones de la siguiente composición.

40 Formulación 1

Fitasa	4% en peso
almidón de maíz	76% en peso
polietilenglicol 6000	20% en peso.

Formulación 2

Fitasa	5% en peso
almidón de maíz (Lutrol® F127) (Poloxamer 407)	88,6% en peso
MgSO ₄	2,4% en peso
	4% en peso.

Formulación 3

Fitasa	6% en peso
almidón de maíz Lutrol® F127) (Poloxamer 407)	70% en peso
MgSO ₄	20% en peso
	4% en peso.

ES 2 272 098 T3

Formulación 4

	Fitasa	6% en peso
	almidón de maíz	76% en peso
5	hidroxipropilmetilcelulosa	15% en peso
	MgSO ₄	3% en peso.

10 Formulación 5

	Fitasa	5% en peso
	almidón de maíz	90% en peso
15	grasa	5% en peso.

Formulación 6

	Fitasa	7% en peso
20	almidón de maíz	68% en peso
	Lutrol® F68 (Polaxamer 188)	25% en peso.

25 Formulación 7

	Fitasa	8% en peso
	almidón de maíz	75% en peso
30	hidroxipropilmetilcelulosa	7,5% en peso
	copovidonas	7,5% en peso
	MgSO ₄	2% en peso.

35 Formulación 8

	Fitasa	10% en peso
	almidón de maíz	83% en peso
40	hidroxipropilmetilcelulosa	2,5% en peso
	copovidonas	2,5% en peso
	MgSO ₄	2% en peso.

45 Formulación 9

	Fitasa	6,5% en peso
	almidón de maíz	90% en peso
50	alcohol polivinílico	3,5% en peso.

Ensayo de peletizado

55 Los granulados se elaboran junto con un pienso (composición véase siguiente tabla) en una máquina de peletizado de la firma CPM (California Pellet Mill Company) a temperaturas en el intervalo de 70 a 80°C. La determinación de la retención de enzima (corregida respectivamente en fitasa nativa) se efectúa como se describe en "Bestimmung der Phytaseaktivität in Futtermitteln und Vormischungen, VDLUFA-Methodenbuch, tomo III, 4ª edición, 1997".

60

65

ES 2 272 098 T3

TABLA

Composición de pienso de engorde para cerdos

	Componentes	% en peso
5	Maíz	20,70
	cebada	40,00
	tapioca	10,00
10	avena	10,00
	soja molida	13,00
	harina de pescado	3,00
	engrudo de trigo	0,84
15	aceite de soja	0,50
	cal forrajera de ácido carbónico	1,20
	sal común bruta	0,20
	oligoelementos	0,06
20	DL-metionina	0,05
	cloruro de colina (50%)	0,05
	ácido propiónico	0,40.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 272 098 T3

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la obtención de granulados que contienen enzimas apropiados para la alimentación de animales mediante mezclado de al menos un enzima con un material soporte y extrusión de esta mezcla, **caracterizado** porque en primer lugar se plastifica el material soporte con una amasadora helicoidal equipada con al menos una hélice dispuesta horizontalmente, después se introduce el enzima en la amasadora helicoidal, y se elabora con el material soporte plastificado para dar una masa homogénea, y se extrusiona la misma.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el enzima se añade en forma de una disolución acuosa.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado** porque como material soporte se emplea una mezcla de almidón y al menos otro polímero elaborable como termoplástico.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado** porque se emplean mezclas de almidón y polietilenglicol.
5. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado** porque se emplean mezclas de almidón y hidroxipropilmetilcelulosa.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque, antes de la adición del enzima, la temperatura del material soporte plastificado se reduce a un máximo de 70°C.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque el tiempo de residencia total en el canal helicoidal de la extrusora asciende a <10 min.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque como enzima se emplea fitasa.

30

35

40

45

50

55

60

65