



NORGE

(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) Nr. 165172

(51) Int. Cl.⁸ A 23 K 1/00, 1/04, 1/18

(21) Patentsøknad nr. 851234
(22) Inngivelsesdag 27.03.85
(24) Lopedag 27.03.85
(62) Avdel/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver UNILEVER NV,
Burgemeester s'Jacobplein 1,
NL-Rotterdam, NL.

(86) Internasjonal søknad nr. -
(86) Internasjonal inngivelsesdag -
(85) Videreføringsdag -
(41) Alment tilgjengelig fra 30.09.85
(44) Utlegningsdag 01.10.90
(72) Oppfinner CHRISTOPHER PAUL FREEMAN,
Flemersham, Bedford, England,
GB.

(74) Fullmektig Siv.ing. Sigrun E. Grøsbøll,
Bryn & Aarflot A/S, Oslo.

(30) Prioritet begjært 28.03.84, GB, nr. 8407947.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **FREMGANGSMÅTE FOR FREMSTILLING AV
ET INNKAPSLET LIPIDMATERIALE.**

(57) Sammendrag

Innkapslet lipidmateriale som er nyttig som dyrefor-
ingrediens, fremstilt ved homogenisering av naturlig blod
fra slakterier som er i det vesentlige fritt for antikoag-
ulerende midler, med lipidmateriale i smeltet tilstand
inneholdende, i vekt, mer enn 20 % frie fettsyrer, tillat-
te den resulterende dispersjon eller emulsjon å stivne til
en fast gel (som typisk vil inntreffe ved en temperatur
under 50°C) og tørke det gelerte produkt i utstyr hvor
gelen gjennomgår en tumlevirkning.

(56) Anterte publikasjoner Britisk (GB) patent nr. 1349404 (A23D 5/02),
USA (US) patent nr. 4007284 (426-98), 4217370 (426-98).

Oppfinnelsen vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av et innkapslet lipidmateriale for anvendelse i dyrefôr.

Nyttigheten av innkapslet beskyttet lipidmateriale er allerede fastslått. Innkapslet lipid kan fremstilles i tørr frittstrømmende pulver- eller granulatform, som lett kan håndteres og inkorporeres i dyrefôrblandinger for å tilveiebringe forsterkede lipidinnlemmelsesnivåer uten medfølgende forarbeidelsesvanskeligheter. Når det gjelder drøvtyggere, f.eks. melkekuer, er føringen av innkapslet lipidmateriale spesielt fordelaktig, fordi lipidmaterialet vil ha mindre tilbøyelighet til å interferere med den normale fordøyelsesprosess i vommen.

Flere tidligere forslag har innebåret innkapsling av lipidmateriale i en denaturert proteingrunnmasse. Kjemisk denaturering av proteinet er blitt foreslått, for eksempel ved anvendelse av formaldehyd. En slik behandling fører til en svært ufordøyelig proteingrunnmasse som, hos pattedyret, inhiberer frigjøring av lipidmaterialet i de nedre regioner av fordøyelsessystemet. Lipidet er således overbeskyttet, og dets verdi som føringrediens er redusert, selv om det ikke interfererer med vomfunksjonen. Vi mener at det er bedre å holde seg til varme-denaturering av den beskyttende proteingrunnmasse.

I US-patentskrift nr. 4 216 234 er det beskrevet en fremgangsmåte som medfører å danne en dispersjon eller emulsjon av globuler av næringsstofflipid i et vandig albuminholdig medium, og deretter danne en gel. Den resulterende gel tørkes så slik at det dannes et partikkelformig næringsmateriale. Fremgangsmåten er spesielt anvendelig på anvendelse av dyreblod som kilde for albumin. For å fremstille gelen lærer dette US-patent at det proteinholdige medium (f.eks. blod) bør gjøres sterkt alkalisk (pH 9,6-12,5) før dannelsen av lipiddispersjonen eller emulsjonen, og deretter bør dispersjonen eller emulsjonen bli oppvarmet til en temperatur i området 40-100°C til det danner seg en gel. Vi har funnet at tilsetning av alkali til naturlig blod for å frembringe en pH-verdi i det angitte område bevirker at det danner seg en gel svært hurtig. Under slike omstendigheter er det vanskelig, om ikke umulig, å fremstille en god dispersjon/emulsjon av lipidmateriale i det hurtig-gelerende

alkaliske blod, og det resulterende produkt, når det er tørket, viser dårlig fysisk beskyttelse av lipidmaterialet. Et innkapslet lipidmateriale fremstilt i henhold til den fremgangsmåte som er beskrevet i US-patentskriftet vil således ha svært varierende kvalitet. Vi har likeledes merket oss at en lav grad av fysisk beskyttelse kan resultere hvis gelering av blodet initieres ved anvendelse av en sterk mineralsyre fremfor et alkali. Tilsetning av små mengder av mineralsyrer til blod resulterer bare i en svært svak og ineffektiv gel, mens tilsetning av større mengder av mineralsyrer til blodet forårsaker svært hurtig og ukontrollerbar gelering i likhet med den som forårsakes når blod gjøres sterkt alkalisk.

Foreliggende oppfinnelse tilveiebringer en fremgangsmåte for fremstilling av et innkapslet lipidmateriale for anvendelse i dyrefôr som innebærer å tørke en gelert dispersjon eller emulsjon av lipidmateriale i en vandig suspensjon av funksjonelt protein, som stivner til en fast gel ved en temperatur på 50°C eller lavere, og fremgangsmåten er karakterisert ved at det anvendes et lipidmateriale som i vekt inneholder 20 til 100% av frie fettsyrer.

Ved å sikre at lipidmaterialet inneholder en andel av frie fettsyrer har vi funnet at blandingen av lipidmateriale og protein vil stivne til en fast gel uten at det er behov for overdreven oppvarming, og allikevel er geleringshastigheten ikke så hurtig at gelen dannes før lipiddråpene kan dispergeres adekvat i proteingrunnmassen.

Den vandige suspensjon av funksjonelt protein kan stamme fra et utvalg av kilder. Av økonomiske grunner foretrekkes kilder som ellers ville anses som avfallsprotein. Eksempler på egnede proteiner er hveteprotein, soyaproteiner, kasein og fiskeproteiner (f.eks. "limvann"). Imidlertid er den mest foretrukne vandige suspensjon av funksjonelt protein for anvendelse i forbindelse med oppfinnelsen naturlig blod. Blod er tilgjengelig i store mengder fra slakteren hvor dyr slaktes for å bli mat, og for andre formål. Det funksjonelle proteininnhold i den vandige suspensjon er fortrinnsvis minst 10 %, og helst minst 12 %, uttrykt på tørrstoffbasis. Naturlig blod fra slakterier har typisk et tørrstoffinnhold på ca. 18 vekt%, hvorav

ca. 90 % er protein. Uten hensyntagen til kilden bør proteinet i suspensjonen være "friskt", dvs. at minst en vesentlig andel av protein bør være i en funksjonell (udenaturert) tilstand. Proteinsuspensjonen bør være i det vesentlige fri for eventuelle additiver så som antikoaguleringsmidler (f.eks. EDTA), som ville forhindre naturlig gelering av proteinet.

Dispersjonen eller emulsjonen av lipidmateriale og protein bør danne en fast gel før dehydratisering. I denne tilstand har gelen en selvopprettholdende form og er i det vesentlige ikke-hellbar. Under geldannelsen inntreffer innkapsling av lipidmateriale i en proteingrunnmasse.

Fremstilling av dispersjonen eller emulsjonen kan oppnås ved homogenisering av proteinsuspensjonen og lipidmaterialet sammen. Det bør passes nøye på å ikke fortsette homogeniseringsprosessen for lenge, da ellers den ønskede gel kan danne seg og deretter bli brutt ved fortsatt homogenisering. En typisk homogeniseringstid under fremstilling i stor målestokk er ca. 30 minutter.

Den ønskede gel danner seg spontant hvis dispersjonen eller emulsjonen inneholder en tilstrekkelig andel av frie fettsyrer. Generelt vil denne geldannelse finne sted ved temperaturer i området 40-50°C, men i noen tilfeller vil den inntreffe under 40°C. Det minste nivå av frie fettsyrer som er nødvendig for å danne en fast gel vil variere i avhengighet av det materiale som anvendes og det utstyr som anvendes for å fremstille dispersjonen eller emulsjonen. Det må imidlertid være minst 20 % og mer vanlig minst 30 %, i vekt av lipidmaterialet, være frie fettsyrer. Fortrinnsvis er dette nivå minst 45 % og mer å foretrekke minst 50 %, i vekt av lipidmaterialet. Om ønsket kan lipidmaterialet være en såkalt "syreolje" som typisk vil inneholde 60 % eller mer av frie fettsyrer. Blandinger av lipidmaterialer kan anvendes, og frie fettsyrer kan innblandes i slike blandinger. Lipidmaterialer kan være enhver olje eller ethvert fett, for eksempel talg, soyaolje, maisolje, og palmeolje. Hvis lipidmaterialet normalt er fast ved omgivelsestemperatur, bør det oppvarmes til det er smeltet, før blanding med den vandige suspensjon av funksjonelt protein, slik at det kan dannes en tilfredsstillende dispersjon eller emulsjon. Om ønsket kan de frie fettsyrer innarbeides i form av sur olje.

Palmefettsyreolje og palmefettsyredestillat er svært egnede kommersielle kilder for frie fettsyrer for anvendelse i overensstemmelse med oppfinnelsen. Fiskesyreolje er også egnet.

Etter dannelsen av en fast gel kan det innkapslede lipidmateriale tørkes under anvendelse av et stort utvalg av utstyrstyper. Tørkeutstyr hvor gelen gjennomgår en tumlevirkning foretrekkes, og tørkeutstyr av type "Rotadisc" er svært godt egnet. Tørkebetingelsene, spesielt temperaturen, bør være slik at proteingrunnmassen bevares, men at den mikrobielle nedbrytbarhet av proteinet reduseres.

Det innkapslede lipidmateriale fremstilt ved oppfinnelsen kan anvendes som bærer for lipidløselige foradditiver, f.eks. vitaminer A, D og E, og slike antibiotika som avoparcin. Disse bør oppløses i lipidmaterialet i proteinsuspensjonen.

Det innkapslede lipidmateriale fremstilt ved oppfinnelsen kan anvendes som et næringsmateriale i kraft av seg selv, eller det kan blandes med andre næringsmaterialer for å tilveiebringe et sammensatt dyrefôr. De fysiske blandinger av sammensatte fôr kan fås ved å anvende ethvert konvensjonelt utstyr. Naturen av de andre næringsmaterialer som kan blandes med det innkapslede lipidmateriale er ikke kritisk for oppfinnelsen, og disse kan være næringsmessig passende kombinasjon av de konvensjonelle ingredienser som anvendes i produksjon av fôr, f.eks. korn, enten helkorn eller malt korn, for eksempel bygg, hvete, sorghum, mais, ris, havre og rug; cerealiebiprodukter, for eksempel hvetekim, mørke maiskorn, mørke byggkorn, bryggerikorn, malt-strå (spire-topper fra bryggeri-industrien), maiskim, siktekorn og forhavre; oljefrørester som stammer fra slike frø som raps, soya, jordnøtt, palmekjerne, solsikke, linfrø, shea-nøtt, illipe og bomullsfrø; oljer og fett av vegetabilsk eller animalsk opprinnelse; hvilke som helst av de forskjellige produkter av plante- eller dyreopprinnelse som konvensjonelt anvendes ved produksjon av fôr, for eksempel åkerbønner, erter, tapioka, betemasse, potetmasse, halmguar, melasse, encelleprotein, kjøtt- og benmel, fiskemel, blodmel og tørket fjærkeggjødse; ikke-proteinholdige nitrogenkilder som for eksempel urinstoff- og urinstoffderivat; og vitaminer og mineraladditiver.

Det innkapslede lipidmateriale fremstilt ved oppfinnelsen

er spesielt egnet for innlemmelse i fôret til melkekuer for å forbedre deres melkeproduksjon. Mer generelt kan det innkapslede lipidmateriale anvendes for å innføre høye lipidnivåer i pelletert dyrefôr uten å medføre de forarbeidelsesvanskeligheter som normalt assosieres med fôr med høyt lipidinnhold. Det innkapslede lipidmateriale kan således anvendes svært fordelaktig i for eksempel fiskefôr. Det innkapslede lipidmateriale er også godt egnet for innlemmelse i fôret til pelsdyr, f.eks. mink, oppdrettet i fangenskap.

En foretrukken utførelsesform av oppfinnelsen skal nå beskrives ved hjelp av eksempel.

Eksempel 1

Helt dyreblod, oppnådd som slaktehus-avfall, ble oppvarmet i en tank med dampkappe til en temperatur på 40-45°C og deretter homogenisert med lipid (på forhånd oppvarmet til 75°C) ved hjelp av en Silverson-homogenisator utstyrt med et generelt desintegreringshode. Den endelige sammensetning av emulsjonen var 13 % protein, 65 % vann og 22 % lipid, i vekt. Lipidmaterialet var kommersielt tilgjengelig palmesyreolje, som inneholdt tilnærmet 90 % frie fettsyrer. Homogeniseringen ble utført i tilnærmet 30 minutter og resulterte i en emulsjon som inneholdt fettdråper i området 10-15 µm. Denne emulsjon fikk gelere ved omgivelsestemperatur. Da en tilfredsstillende fast gel hadde dannet seg, ble denne overført til en "Rotadisc"-tørker som den ble tørket i mellom roterende skiver, enkeltvis oppvarmet av damp ved et trykk på 2-3 bar (134-135°C) og transportyer gjennom hele lengden av tørkeren ved hjelp av vifter eller padlerørere som var festet til skivene. Produktet ble tørket til et fuktighetsinnhold på ca. 3-5 vekt% og kom ut fra tørkeren i form av små granuler.

Sluttproduktet var sterilt, og da det ble inkubert i polyester-monofilamentposer av 45 µm maskevidde i vommen til en melkeku, var tørrstofftapet til produktet etter 6 timer 5-15 %. Produktet hadde derfor en beskyttelsesgrad på ca. 85-95 %. Sluttproduktet hadde en gjennomsnittlig sammensetning av 60 % fett, 34 % protein, 2 % aske og 4 % fuktighet, og i denne form kunne det direkte inkorporeres i fôret til en melkeku.

Eksempel 2

En rekke forsøk ble utført med flere forskjellige lipidmaterialer for å bestemme den minste andel av frie fettsyrer som er nødvendig for å bevirke tilfredsstillende gelering av blod/lipidemulsjonen, som fører til tilfredsstillende beskyttelse av lipidmaterialet i det endelige tørkede produkt. Forsøkene ble utført ved anvendelse av talg, palmeolje og soyabønneolje som inneholdt varierende andeler av frie fettsyrer som stammer fra det samme lipidmateriale.

Den eksperimentelle metode gikk ut på å oppvarme 100 gram naturlig blod fra slakteri (18,7 % tørrstoff) til en temperatur i området 40-45°C, og blande dette med 28 gram lipidmateriale som på forhånd var oppvarmet til 70°C. Blandingen ble emulgert i 5 minutter med en Silverson-homogenisator, og deretter tillatt å avkjøle seg, og geldannelsen ble fastslått etter 10 minutter. Prøvene ble så tørket i tørkeskap slik at man fikk et produkt som inneholdt tilnærmet 60 % lipidmateriale, på tørrstoffbasis. Observasjonene angående geldannelse er angitt i tabell 1 nedenunder.

Tabell 1

<u>Lipid</u>	<u>% FFS i lipidmateriale</u>				
	0	25	50	75	100
Talg	-	+++	+++++	+++++	+++++
Palmeolje	-	+++	+++++	+++++	+++++
Soyabønneolje	-	+++	+++++	+++++	+++++

+++++ = svært fast gel
 +++ = adekvat gel
 - = ingen gel

De fast-gelerte produkter som dannet seg med lipidmaterialer som inneholdt 50 % frie fettsyrer og mer, var alle godt egnet for tørking og ga dehydratiserte produkter hvor lipidmaterialet var meget effektivt beskyttet. Ingen lekkasje av lipidmateriale fra disse dehydratiserte produkter ble observert. De gelerte produkter som inneholdt 25 % frie fettsyrer viste en viss lekkasje av lipid under tørking, men ga fremdeles dehydratiserte produkter som viste en nyttig grad av lipidinn-

kapsling. Blod/lipidemulsjonene som ikke inneholdt noen frie fettsyrer gelerte ikke, og ved dehydratisering ga de produkter hvor lipidmaterialet var effektivt fullstendig fritt og ubeskyttet.

Eksempel 3

Et lignende sett forsøk med dem som er beskrevet i eksempel 2, ved anvendelse av samme grunnmetode, ble utført for å bestemme om tilsetning av små mengder alkali (kaustikksoda) til blod ville bidra til den geleringsvirkning som forårsakes av nærvær av frie fettsyrer i lipidmaterialet. Det lipidmaterialet som ble anvendt var palmeolje som inneholdt varierende andeler av palmesyreoljer i mengder som var tilstrekkelige til å gi de prosenter av fri fettsyre som er angitt i tabell 2, som angir resultatene.

Tabell 2

	<u>% FFS i lipidmaterialet</u>					
	10	15	20	25	30	65
Blod, pH 7,4 (ikke tilsatt alkali)	-	-	-	+++	++++	+++++
Blod, pH 8,4	-	-	-	+++	+++	+++++
Blod, pH 9,0	-	-	-	+++	+++	+++++

+++++ = svært fast gel

+++ = adekvat gel

- = ingen gel

Man vil se at innlemmelse av små mengder alkali ikke viste noen praktisk forskjell fra de gelerende egenskaper hos blod/lipidemulsjonen.

Et lignende forsøkssett ble utført for å bestemme om tilsetning av mineralsyre (saltsyre) til blodet ville influere på geleringsegenskapene til blod/lipidemulsjonene. I dette tilfelle ble det observert at endring av blodets pH-verdi til 6,0 og 5,0 viste tendens til å inhibere geldannelse i emulsjonen, og det er klart at i sammenheng med foreliggende oppfinnelse

kan tilsetning av små mengder mineralsyre til blodet før blanding med lipidmaterialet ikke anbefales. Når en større mengde saltsyre tilsettes til blodet, tilstrekkelig til å redusere pH-verdien til 4,0, gelerer blodet svært hurtig, og i en praktisk kommersiell prosess vil det være vanskelig å regulere denne gelering og produsere tilfredsstillende produkt med samhørende innkapsling av lipidmaterialet.

Eksempel 4

Dette eksempel beskriver resultatet av et forsøk med melkekuer med sikte på å undersøke effektene ved å inkludere et beskyttet lipidmateriale, utført i henhold til eksempel 1, i et standard kommersielt høyenergi-konsentrat-fôr med hensyn på utbyttet og kvalitet hos melk. Det eksperimentelle fôr ble sammenlignet med et med lignende spesifikasjoner, men som inkluderte samme type og nivå av lipid i den frie (dvs. ubeskyttede) form.

12 kuer som har hatt kalv flere ganger, i 6. til 12. uke av laktasjon, ble pardannet i henhold til laktasjonsstadium og melkeutbyttet i sin tidligere laktasjon. Dyr innen hvert par ble vilkårlig satt på enten kontroll- eller forsøksfôret. Det var konstruert en modifisert "switch-back" hvor én fra paret fullførte tre kontrollperioder hver bestående av 28 dager. Ku nr. 2 ble føret i rekkefølgen: kontroll-forsøk-kontroll, i 28 dagers perioder.

Det beskyttede lipidmateriale hadde følgende sammensetning:

Fuktighet	3,0 %
Olje	56,2 %
Protein	37,9 %
Aske	2,9 %

Produktet hadde granulatform og ble innarbeidet direkte i fôret.

Melkeutbyttet ble registrert ukentlig. I de siste to uker av hver 28 dagers periode ble det tatt to prøver pr. uke. Disse ble analysert med hensyn på totalfaststoff, smørfettinnhold og protein.

Totalt melkeutbytte var henholdsvis 28,54 og 29,57 kg pr. dag for kontroll- og forsøksfôret, og denne differanse var

signifikant. Det var ingen signifikant differanse i smørfettinnhold eller proteininnhold i melken. Som tabell 3 nedenunder angir, var energi- og proteininntaket til kuene som fikk kontrollfôret og forsøksfôret i effektiviteten identiske.

Tabell 3

	<u>Kontroll</u>	<u>Forsøk</u>
Energi-inntak	206,6	201,8 (MJ/dag)
Proteininntak	2950	2920 (g/dag)
Melkeutbytte	28,54	29,57 (kg/dag)
Smørfett (%)	3,10	3,15
Totalt melkefaststoff	11,84	11,72
Melkeprotein (%)	3,15	3,12

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for fremstilling av et innkapslet lipidmateriale for anvendelse i dyrefôr, som innebærer å tørke en gelert dispersjon eller emulsjon av lipidmateriale i en vandig suspensjon av funksjonelt protein som stivner til en fast gel ved en temperatur på 50°C eller mindre, k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes et lipidmateriale som i vekt inneholder 20 til 100% av frie fettsyrer.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes lipidmateriale som inneholder 50 til 100% frie fettsyrer.

3. Fremgangsmåte som angitt i krav 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes lipidmateriale som inneholder 60 til 100% frie fettsyrer.