

283015



MEMORIA DESCRIPTIVA
que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por "MEJORAS EN LA FA-

BRICACION DE ENVOLTURAS COMESTIBLES ARTIFICIALES

PARA ARTICULOS ALIMENTICIOS, PARTICULARMENTE EMBU-

TIDOS".

Como Divisional de la Solicitud de Patente No. 273.772.

a favor de

JOHNSON & JOHNSON

domiciliado en 501 George Street, NEW BRUNSWICK,

New Jersey, EE. UU.

INVENTOR: Emanuel Roy Lieberman, de nacionalidad
norteamericana.

PRIORIDAD: de la solicitud de patente EE.UU. No
82.935 del 16 de Enero, 1961.

283015



El presente invento se refiere a artículos de colágeno reconstruidos en los que las fibrillas de colágeno se encuentran en una nueva relación y condición estructural, y más particularmente a tubos de colágeno extruídos que tienen tal estructura original.

5 Aunque no se limita a eso, un aditamento del invento se adapta particularmente para utilizarse como envoltura comestible de alimentos, por ejemplo, como forro para embutido de cerdo fresco que debe ser guisado por el consumidor, o como envoltura para embutidos del tipo vienés o de Francofort. Estas últimas salchichas se elaboran generalmente mediante ahumado y adobado por el fabricante y se recalientan generalmente antes de consumirse. Cuando los embutidos están provistos de envolturas comestibles, es innecesario quitar el forro antes de comer el embutido. Desde tiempo inmemorial, los únicos forros de embutidos comestibles satisfactorios han sido las tripas o envolturas naturales.

10

14

Las tripas o envolturas naturales, a diferencia de las envolturas artificiales o sintéticas, se preparan con los intestinos de animales comestibles, tales como el ganado vacuno, ovino y de cerda. Después que se han extraído los intestinos de la res muerta, mediante desgarradores de cilindros se quitan los alimentos, heces y otras materias de los intestinos. Después de esto, mediante medios apropiados, las mucosidades intestinales existentes dentro de la tripa se destruyen y extraen.

20

Las tripas naturales adolecen de un cierto número de desventajas. Se pueden obtener tripas o envolturas comestibles tiernas de los intestinos de las ovejas, pero debido al suministro limitado y a las dificultades que implica su preparación, estas tripas o envolturas alcanzan un alto precio. Las envolturas hechas con los intestinos limpios de otros animales son frecuentemente duras y desagradables de comer: Esto es generalmente cierto por lo que respecta a las en-

25

30

283615



1962

5
volturas hechas con los intestinos de vacunos y porcinos, pero es también frecuentemente el caso con las envolturas hechas de intestinos de ovinos. Debido a la estructura biológica de los intestinos y a la manera en que se elaboran las envolturas, se encuentran, se encuentran usualmente agujeros o aberturas en la pared de las envolturas de tripa. Además, la anchura y diámetro de la pared de las tripas naturales varía considerablemente, ocasionando dificultades durante el embutido moderno de alta velocidad.

10
En vista de estas y otras deficiencias de las tripas naturales y el costo de preparar tales tripas para consumo humano, se han efectuado muchos intentos de preparar una envoltura de superior comestibilidad. Tales intentos han logrado un éxito limitado por razones que ahora pueden atribuirse al menos en partes, a la forma particular de colágeno utilizado como material de partida.

15
Los tejidos de colágeno, tales como la piel y tendones, aunque completamente diferentes en morfología, comparten fundamentalmente varios niveles de estructura en común. La unidad estructural más pequeña se denomina generalmente tropocolágeno. Es el bloque constructivo primario hipotético, en forma de varilla, de las fibrillas del colágeno, soluble en solución de sal acuosa diluida, y mide unos 15
20
Angstroms de diámetro y unos 3000 Angstroms de longitud. La fibrilla de colágeno, hecha de muchos miles o incluso millones de unidades de tropocolágeno, constituye la más grande unidad estructural próxima, de tejidos colágenos.

25
Las fibrillas de colágeno, según se encuentran en el cuero de la vaca en estado completamente deshidratado, son de unos 50 a 1000 -
Angstroms de diámetro y de longitud variada. Se han observado fibrillas de colágeno de piel de vaca que miden 20.000.000 Angstroms -
30
(2 milímetros).

Las fibrillas de colágeno en la piel del bovino están dispues-

283015



1962

tas en haces que forman fibras de colágeno variables en longitud y que miden muchos miles de Angstroms de diámetro. Fibras de colágeno de piel de vaca han sido observadas, que miden de unos 10.000 a 20.000 Angstroms de diámetro en estado de deshidratación, pero se cree que existen fibras de colágeno mayores, que miden hasta 1000 micras de diámetro en su estado deshidratado. Cada fibra de colágeno contiene cientos o incluso miles de fibrillas, todas ligadas juntamente por una vaina. Las fibras de colágeno, a su vez, están organizadas en haces de fibras de colágeno que son bastante grandes para poder ser perceptibles a simple vista y forman el retículo fibroso familiar visible en pieles de todas clases.

Normalmente, las unidades de tropocolágeno no están presentes en el cuero de vaca en cantidad apreciable. Por tanto, para todos los fines prácticos, la unidad estructural básica de los tejidos de piel de vaca puede considerarse la fibrilla de colágeno. El presente invento depende del uso como materia prima de estas unidades de fibrillas de colágeno en un estado hidratado e hinchado, liberadas de su vaina normalmente anexa. De acuerdo con el presente invento, las fibrillas de colágeno de piel de vaca, hidratadas e infladas, liberadas de la vaina en que se hallan normalmente unidas y que miden de unos 2000 a unos 15.000 Angstroms de diámetro, se extrusionan para formar artículos que tengan la forma deseada. El artículo modelado se trata entonces de formar de deshinchar y deshidratar las unidades de fibrillas de colágeno individuales. Cuando las fibrillas de colágeno individuales desvainadas en el producto modelado pierden su exceso de agua de hidratación por desecación el aire, se adhieren para formar una substancia hialoidea translúcida, en la que la línea límite entre las fibrillas individuales no puede distinguirse incluso en el microscopio electrónico.

Anteriormente se propuso producir una envoltura de colágeno artificial de material animal fibroso tal como, por ejemplo, piel

283015



pelada que había sido sometida a tratamientos cálcicos convencionales. El colágeno en tal material fibróso calizo se convierte, mediante dese integración mecánica y la acción ácida hichante de los ácidos, en una pasta de haces de fibras y fibras sueltas, que se extrusiona para formar un tubo. Tal pasta o masa pastosa tiene generalmente un contenido de sólidos del orden del 10% al 25%, aunque en algunos casos los sólidos sólo han sido el 8%. Estas pastas se extrusionan bajo presiones relativamente grandes, del orden de cientos de atmósferas. Bajo las condiciones del arriba mencionado proceso, la acción mecánica y química no reduce las fibras y haces de fibras de colágeno bastas a sus unidades fibrilares básicas menores. En consecuencia, se experimentaron muchos problemas debido a las propiedades poco satisfactorias ofrecidas por las fibras grandes de colágeno.

Una dificultad original por el gran tamaño de las fibras hinchadas de colágeno, reside en la tendencia a permanecer orientadas en una sola dirección durante la extrusión. La orientación de las fibras y haces de fibras bastas de colágeno en una dirección particular a través de todo el grosor de la tripa no es deseable, porque la envoltura se raja o rompe rápidamente, Aunque la resistencia a la rotura de una envoltura de colágeno extrusionada puede mejorarse si las fibras de colágeno se orientan al azar mediante una acción de enmarañado, desgreñado y afieltrado, la disposición fortuita de fibras y haces de fibras que se obtienen por tales métodos antiguos, no ha dado un producto satisfactorio. El tamaño relativamente grande de las fibras de colágeno en las dispersiones extrusionales del sistema primitivo, hacen extremadamente difícil la expulsión de una envoltura homogénea. Además, los tubos producidos así son relativamente gruesos, duros, difíciles de masticar y de contraen excesivamente durante el adobamiento, con lo que expulsan la carne.

Estas deficiencias pueden derivarse al menos en parte, de las

-6-
283015



1952

grandes fibras y haces de fibras presentes en toda la pared de la envoltura.

Es objeto del presente invento producir artículos de colágeno nuevos y mejorados, que estén libres sustancialmente de fibras de colágeno y haces de fibras de colágeno.

Otro objeto de este invento, es proporcionar una película o membrana de colágeno comestible, adaptada para utilizarse en el envasado de alimentos.

Otro objeto adicional de esta invención, es el producir un tubo de colágeno expulsado de manera continua en un extrusor en el que los bloques constructivos básicos que forman la estructura tubular, sean fibrillas de colágeno de piel de vaca adheridas para formar una película o membrana continua hialoide, a diferencia de las fibras de colágeno.

Es también objeto de este invento, proporcionar una envoltura de colágeno extruida, en que las fibrillas de colágeno individuales estén dispuestas al azar y permanezcan en un plano paralelo a la superficie de la pared de la envoltura.

Todavía otro objeto de este invento, es proporcionar una envoltura de colágeno extruida, translúcida, homogénea y de diámetro y anchura de pared uniformes.

De acuerdo con el presente invento, la piel de vaca se trata con una solución acuosa ácida bajo condiciones que hinchan y rompen la vaina que rodea las fibras de colágeno. Las fibrillas desvainadas se moldean entonces en la forma o configuración deseadas, después de lo cual las fibrillas de colágeno hinchadas liberadas en los artículos modelados se cohesionan. Los artículos obtenidos así, comprenden fibrillas de colágeno adheridas que están sustancialmente libres de fibras de colágeno.

Las fibrillas de colágeno hinchadas sustancialmente libres de fibras de colágeno, pueden extrusionarse en cualquier forma deseada

283015



en un baño coagulante que actúa para deshinchar y deshidratar las fibrillas de colágeno desvainadas y con lo cual proporcionan el artículo extrusionado con la fuerza requerida para resistir el manejo subsiguiente. El producto extrusionado, que en esta parte del proceso se hace de fibrillas de colágeno desvainadas deshinchadas y sustancialmente libres de fibras de colágeno hastas, se trata con un agente endureciente, tal como el alumbre, y entonces se lava para extraer las sales. Finalmente, el artículo se seca al aire, lo que hace adherirse a las fibrillas de colágeno y formar una estructura hialoide traslúcida, en la que las fibrillas individuales de colágeno no pueden distinguirse, ópticamente.

Al preparar la masa de fibrillas de colágeno hinchadas, de la que se forman los artículos del presente invento, es importante que la relación entre los sólidos del tejido conjuntivo, y el líquido hinchante, sea mucho menor que la usada anteriormente, es decir, del orden de al menos 2,5% y menos del 6%, preferiblemente alrededor de 3.5% a 5%. Se ha observado que las fibrillas de colágeno en la piel de vaca no encalada se inflan hasta más de 100 veces su volumen original si la piel de vaca desmenuzada, progresivamente reducida a tamaño de partículas de dimensiones muy pequeñas, se coloca en una cantidad suficiente de solución ácida débil, tal como 1.2% de ácido láctico en agua. La Presión de la hinchazón de las fibrillas elementales romperá la vaina de la fibra, relativamente poco elástica, que rodea el haz de fibrillas, destruyendo así la identidad de la fibra. Las fibrillas de colágeno hinchado pueden si se desea, separarse de los restos de la vaina de la fibra, mediante filtraje.

Debe subrayarse que para conseguir la ruptura de la estructura de la fibra mediante la hinchazón, la relación entre colágeno y líquido inflante debe ser baja. Así, si la cantidad de tejido conjuntivo en el líquido hinchante ácido excede del 6% en peso, la estructura de fibra original no se altera apreciablemente. Existen también

283015



5 pruebas de que las fibras en piel encalada no se rompen tan fácilmente como las fibras en pieles frescas (saladas o congeladas). El material de partida preferido para los productos del presente invento es, por tanto, piel fresca, tal como la piel de vaca. Aunque el tendón bovino se ha utilizado hasta aquí como fuente de tejido conjuntivo, las fibrillas de colágeno derivadas del tendón difieren de las fibrillas de piel de vaca fresca. Las tripas de embutidos hechas de fibrillas de colágeno del tendón, encogen al adobarse y expelen la carne.

10 Puede utilizarse una solución ácida adecuada para hinchar la piel de vaca no encalada, para los fines de este invento, consistente en una solución acuosa que contiene de 1/1 a 2% de ácido láctico. La masa de fibrillas de colágeno hinchadas, utilizada como material de partida en la fabricación de envolturas de embutidos de la presente invención, contiene del 2,5% hasta alrededor del 6% de sólidos del tejido conjuntivo, sobre una base de peso en seco. Si la concentración de colágeno está por debajo de alrededor de un 2,5%, el tubo extrusionado es muy blando y difícil de manejar. Cuando la cantidad de tejido conjuntivo excede de aproximadamente un 6%, la masa de colágeno contiene una proporción apreciable en fibras bastas de colágeno, que hacen la masa tan viscosa, que la extrusión es extremadamente difícil. Si las fibras y haces de fibras de colágeno bastas están presentes en la masa extrusionada, estas fibras grandes no se funden juntamente para formar un embutido satisfactorio.

25 Debe comprenderse que la anterior descripción general y la descripción detallada siguiente, también, son ejemplares y explicativas, pero no limitan la invención.

30 El proceso para la fabricación de artículos de colágeno extrusionado del presente invento, puede comprenderse más claramente con la descripción detallada, siguiente y ejemplos tomados en relación con los grabados que acompañan a la misma:

283615

-9-



Las figuras 1 y 2 son diagramas que ilustran la secuencia de operaciones en la fabricación continua de una tripa de colágeno, de acuerdo con el presente invento.

5 La figura 3 es una vista de sección vertical que ilustra el flujo del baño deshidratante y del colágeno a través de un troquelador.

10 La figura 4 es una vista del diseño diagramático, grandemente ampliado, de la superficie de una envoltura moldeada con arreglo al presente invento, que ilustra lo que parece ser una distribución al azar de fibrillas de colágeno, paralelas a la superficie, de la pared de la envoltura.

La figura 5 es una vista en sección a través de la pared de la envoltura, tomada sobre la línea 5-5 de la figura 4.

La figura 6 ilustra la envoltura de colágeno moldeado con arreglo al presente invento, en estado arrugado.

15 La figura 7 muestra una envoltura moldeada con arreglo al presente invento, rellena de embutido.

La figura 8 es una reproducción de una curva de tensión-tirantez de una tripa típica de colágeno del presente invento, obtenida con una máquina Comprobadora Tensible Instron.

20 En las memorias descriptivas y ejemplos que siguen, todas las cantidades se expresan en partes de peso, excepto si se indicare de otra forma.

Equivalencias: 1 pulgada= 2,54 cm.; 1 libra = .453,6 h.; 1 galón= 3,78 litros; 1 pulgada² = 6,45 cm².

25 EJEMPLO I

Preparación de las fibrillas de colágeno desvainadas hinchadas

30 Las pieles de novillo fresco se lavan con agua fría a 13°C. o menos, en un tambor rotatorio, de 10 a 24 horas. Después del lavado, las pieles se descarnan con una máquina rampante y el pelo y la epidermis se esparan con un cuchillo de correa horizontal. Esta



limpieza preliminar se efectúa con equipo de tenería standard.

El pelo restante y las zonas escasamente limpias se cortan a mano y se preparan compuestos de cinco pieles. Las mezclas de pieles se cortan entonces en secciones de 1/2 a 4 pulgadas cuadradas y se reducen a pulpa mediante tres pasadas a través de un molino de carne, efectuando un molido más fino cada vez. El paso primero y segundo son a través de agujeros de 18 y 8 milímetros respectivamente. El molido final es a través de agujeros de 1.5 milímetros de diámetro. Es recomendable, durante el proceso de la molienda, mantener la pulpa a menos de 20°C. Esto puede hacerse añadiendo hielo machacado, a las pieles, según van pasándose al molino.

La pulpa del fondo se diluye a continuación ^{con} agua del grifo a 16°C. para dar una mezcla uniforme que contenga un 7.4% de sólidos secos. Esta mezcla (125 partes) se trata entonces con 125 partes de una solución de ácidos láctico de 2.4% utilizando un mezclador adecuado tal como el fabricado por Cherry Burrell (Modelo 24) para formar una masa homogénea de fibrillas de colágeno hinchadas. Es importante durante esta fase de hinchazón del ácido que la temperatura se mantenga a menos de unos 25°C. La mezcla así obtenida contiene 3.7% de sólidos de piel y 1.2% de ácido láctico. Después de haber mezclado la pulpa con el ácido, la masa de fibrillas de colágeno hinchadas se dispersa adicionalmente en un homogeneizador adecuado, tal como el Manton-Coulin (Modelo 125-K-5BS), provisto de una válvula de 2 fases funcionando con un cierre de 1500 libras/pulgada² por fase. Las fibrillas de colágeno hinchadas se filtran entonces a través de un tamiz filtrante de 7 mil para separar los fragmentos de tejido hinchable y cualesquiera fibras o haces de fibras que pudiesen quedar.

EJEMPLO II

Extrusión de las fibrillas de colágeno hinchadas.-

Con referencia a la figura 1 debe notarse que se utiliza una

-11-
283615



16 352

bomba medidora adecuada 91 para expulsar mediante un extrusor una
masa homogénea de fibrillas de colágeno hinchadas a través de un fil-
tro tamiz 93 y el orificio de entrada 92 del extrusor 90 dentro de un
baño coagulante que circula a través de una columna vertical 95. El
5 aparato de extrusión 90 usado para la fabricación de las envolturas del
presente ejemplo puede ser un extrusor de disco del tipo ilustrado en
las figuras 1 y 3, cuyo tipo de extrusor se describe y reivindica en
la solicitud de patente del mismo solicitante presentada en esta misma
fecha con el n° 273.773.

10 Los extrusores de este tipo pueden producir una envoltura uni-
forme y homogénea en la que las fibrillas de colágeno están más o me-
nos orientadas al azar pero permanecen paralelas a la superficie de
la pared tubular. Las Figuras 4 y 5 proporcionan una ilustración muy
exagerada de este tipo de disposición al azar de las fibrillas de co-
15 lágeno deshinchadas según se muestran en la pared de la envoltura
después de que ésta deja el baño coagulante y antes de que las fibri-
llas individuales se adhieran en la cámara secadora. Si se desea orien-
tar las fibrillas de colágeno hinchadas en direcciones específicas
según se las va expulsando con ayuda de un extrusor, el aparato extru-
20 sor utilizado puede ser del tipo descrito y reivindicado en la soli-
citud de Patente Serie No. 270.614, presentada el 20 de Septiembre,
1960.

25 El baño coagulante puede ser una solución de sulfato amónico en
agua al 42%. Esta fuerte solución salina hace que las fibrillas de
colágeno individuales de la envoltura expulsada con ayuda de un ex-
trusor pierdan agua y se hagan menores en diámetro de forma que ya
no están grandemente hinchadas. El pH de este baño se ajusta prefe-
riblemente a alrededor de 7 con hidróxido amónico y este baño coa-
gulante y todos los baños empleados durante el proceso del presente
30 ejemplo para tratar la envoltura expulsada mediante un extrusor se

283015



16. 1962

mantiene preferiblemente a menos de 25°C.

5 Se observará que las fibrillas de colágeno hinchadas se expulsan mediante un extrusor en un baño coagulante que circula continuamente en un sistema cerrado. Del tubo de la envoltura expulsada mediante un extrusor se tira verticalmente hacia arriba fuera del baño mediante un rodillo propulsado 87, se perfora a intervalos de 2 pulgadas por las agujas 30 montadas sobre la rueda rotatoria 31, y penetra en un baño coagulante de composición similar al que se hace circular a través de un tanque 88.

10 La circulación del baño coagulante a través de la columna vertical 95 en contacto con las paredes interiores y exteriores de la envoltura expulsada mediante un extrusor se ilustra fielmente mediante la figura 3. Una porción de este baño entra al fondo del extrusor mediante un conducto 96 y fluye verticalmente hacia arriba dentro de la envoltura expulsada mediante un extrusor que pasa entre la envoltura expulsada y un tubo aliviadero 97. Este líquido retorna a través del tubo vertedero 97, que se extiende hasta la parte superior de la columna, y un conducto de salida 98. Otra parte del baño coagulante entra por la parte inferior de la columna 95 a través de un conducto 99 y una abertura anillada 100 en un distribuidor 101 que se fija al extrusor 90. Esta porción del baño deshidratante fluye verticalmente hacia arriba en la columna fuera de la envoltura expulsada mediante un extrusor y regresa a través de un drenaje aliviadero 89. El ritmo de flujo dentro de la envoltura expulsada mediante un extrusor (a través del conducto 96) puede ser de alrededor de 1 galón por hora. Este flujo interno del líquido deshidratante es muy útil cuando se hace arrancar el extrusor. El ritmo de flujo fuera de la envoltura expulsada mediante un extrusor (a través del conducto 99) puede ser de unos 2 galones por minuto.

30 Volviendo de nuevo a la Fig. 1, el rodillo transmisor 87 transporta la envoltura expulsada mediante un extrusor a través de la co-

283015



lumna 95, cuya longitud es tal como para mantener la envoltura en contacto con el baño durante alrededor de un minuto o menos. La envoltura se perfora entonces y penetra en un baño posterior 88 que contiene solución de sulfato amónico concentrado del que sale después que el deshinchado se ha completado substancialmente, por ejemplo, después de unos 5 minutos.

La envoltura entra a continuación en una solución más diluída de sulfato amónico 20 contenido en el tanque 103. La solución 20 es aproximadamente neutra y contiene de un 4 a un 10% de sulfato amónico. El tiempo de estancia en este tanque es de unos 6 minutos, durante cuyo tiempo la concentración de solución salina cerrada por la envoltura seca se reduce al valor correspondiente a la concentración de sulfato amónico en solución 20. Es necesario reducir la cantidad de sal presente en la envoltura ya que la solución de alumbre que se utiliza subsiguientemente para endurecer el tubo de colágeno no reaccionará con las fibrillas de colágeno en presencia de cantidades excesivas de sulfato amónico.

Refiriéndonos ahora a la Figura 2, la envoltura de colágeno antes de lavarla se endurece en el tanque 21 que contiene un baño endureciente de alumbre 23. El baño 23 puede ser una solución de alrededor del 12% de alumbre $\overline{[NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 24H_2O]}$, alrededor del 8% de sulfato amónico y un 2.8% de ácido cítrico aproximadamente ajustado a pH 4.3

El lavado se efectua en tanques 105, 106 y 107 que deben ser convenientemente separados mediante paredes laterales de altura decreciente. Así el agua lavadora fresca penetra en el tanque 107 a través del conducto 108 y derrama en el tanque 106 y 105. El tiempo de lavado total es de unos 14 minutos, tiempo suficiente para quitar sustancialmente los componentes solubles ocluídos. La envoltura lavada pasa entonces a un baño 109 que contiene un agente plastificante tal como un 6% aproximadamente de glicerina en agua. El tiempo de

283615



permanencia en este baño es de unos 5 minutos. El baño plastificante entra en el tanque 109 a través del conducto 110 y rebosa a través del conducto 111.

5 El agua sobrante se separa de la envoltura durante su marcha a través de la cámara 115. Una sección de la envoltura que está dentro de la cámara secadora, entre los rodillos 116 y 117, se mantiene inflada con una burbuja de aire aprisionado y aire caliente forzada, por ejemplo, a una temperatura de unos 60-70°C penetra en la cámara secadora a través del conducto 118. El tiempo de permanencia en el secador 10 115 es de unos 9 minutos.

Un método y aparato preferidos para inflar y secar una envoltura de colágeno expulsada mediante un troquelador se describe y reivindica en la solicitud de patente pendiente nº 270.614, depositada el 19 de septiembre de 1961.

15 La envoltura expulsada mediante un extrusor se transporta mediante el sistema de rodillos transmisores 87, 119, 120, 121, 122, 123, 116 y 117 y se recoge en un arrollador devanador 124. La envoltura debe someterse a un tratamiento de color adicional de unos 80°C. y un 20-30% aproximadamente de humedad relativa durante unas 24 horas. Esta 20 medida de cura por el calor adicional puede eliminarse si se añade una pequeña cantidad de formaldehído (la pequeña de 20 partes por millon) al baño endurecedor o plastificador. La envoltura, después de esta fase de cura por el calor contendrá de un 10% a un 30% de humedad por peso y recogerá más humedad adicional si se le permite equilibrarse a temperatura de habitación y humedad. Tales envueltas se llenarán 25 satisfactoriamente si se equilibran a temperatura normal de habitación y una humedad relativa del alrededor del 75%. Para mantener el contenido de humedad deseado para el relleno, las envolturas así rehumedecidas se envasan preferiblemente en recipientes forrados herméticamente de lámina o metal o similares. 30



Las envolturas fabricadas por el método arriba descrito son de diámetro y grosor de pared uniformes. La pared de la envoltura es una película continua tersa que no contiene proporción apreciable de fibras de colágeno. Dispersas a través de la pared de la envoltura pueden observarse gruesas gotitas que aparentemente se desprenden de la piel de vaca no encalada original. Las gotitas gruesas pueden estar presentes en una cantidad correspondiente a desde 2.75% a alrededor de 6.25% basado en el peso de los sólidos del colágeno. Las fibrillas de colágeno que forman la pared de la tripa se adhieren para formar una membrana que tiene la cualidad parecida al vidrio de una membrana hialoide pero diferentemente a la membrana hialoide, que es transparente, la membrana de colágeno es translúcida. Las fibrillas de colágeno en toda la envoltura permanecerán en un plano que es paralelo a la superficie de la envoltura. Las fibrillas de colágeno adheridas pueden orientarse al azar o direaccionalmente con respecto a la dirección de la extrusión, lo que depende de las condiciones de la extrusión y el extrusor utilizado.

Las envolturas típicas hechas por el proceso arriba descrito se comprobaron sobre un Comprobador de Tensión Instron para determinar ciertas propiedades físicas. El comprobador de Tensión Instron es una máquina que puede aplicar una carga tensible a una muestra y simultáneamente registrar sobre un diagrama movible la curva de tirantetensión de la muestra bajo examen. El aparato Instron empleado para obtener los datos que se muestran abajo se adaptó a la comprobación de envolturas de colágeno expulsadas mediante un extrusor mediante introducción de las grapas del instrumento en una caja aisladora que podría llenarse con vapor para mantener la muestra a 99°C. Todas las envolturas ensayadas se trataron previamente introduciendolas en un extracto de emulsión de carne durante tres minutos. Este extracto se preparó de la siguiente manera.



203015

5 Se mezcla concienzudamente una mezcla de 1 parte de carne de embutido y 2 partes de agua, según el peso, en un mezclador Wering y el extracto del agua se separa de la carne mediante filtraje. El extracto de emulsión de carne así obtenido se calienta hasta punto de ebullición para coagular algunas proteínas acuosolubles y después se filtra por segunda vez para dar una solución amarilla clara que se usa para tratar previamente las envolturas que deben ensayarse.

10 Una longitud de 4 pulgadas de la envoltura que ha sido empapada durante 3 minutos en el extracto de emulsión de carne arriba descrito se prende entre las mordazas del Comprobador de Tensión Instron de tal manera que la longitud de la envoltura suspendida entre las dos garras sea de 3 pulgadas. Las mordazas del aparato Instron se colocan entonces 1 pulgada aparte y se admite vapor en la caja aislada que rodea la muestra y las garras del aparato. La temperatura de la muestra de la envoltura que se comprueba se mantiene a 99°C. durante todo el procedimiento de ensayo.

15 Tres minutos después de admitir el vapor en la caja aisladora que rodea la muestra que se comprueba, las mordazas del Comprobador de Tensión Instron se mueven aparte, al ritmo de 1 pulgada por minuto hasta que la envoltura se rompe. Mientras que las mordazas del aparato están en movimiento, la tirantez o tensión ejercida por la envoltura y la distancia entre las garras movibles se registra continuamente mediante un estilete movable sobre el papel gráfico. La fig. 8 es una reproducción de una curva típica de tirantez-tensión de un gráfico del Comprobador de Tensión Instron. Se observará que el desplazamiento a lo largo de la ordenada corresponde a la distancia que separa las mordazas de la máquina en pulgadas. El desplazamiento a lo largo de la abcisa corresponde a la carga sobre las garras o tensión ejercida por la envoltura en libras.

25
30 Cinco propiedades físicas importantes de la envoltura que se examina pueden medirse de una curva simple de tirantez-tensión. Se



283015

verá que no se registra tensión en la Figura 8 hasta que las mordazas se han movido 1-1/2 pulgadas aparte. Esta distancia desde la intersección del eje X y el eje Y (sin desplazamiento) al punto 10 es la medida de la longitud de la envoltura después de emitir vapor durante 3 minutos y la longitud original (3 pulgadas) menos la distancia desde el punto de origen al punto 10, es el cambio de longitud debida a encogido, que en esta memoria se mencionará como ΔL . En la Figura 8 ΔL es igual a 3 pulgadas menos 1-1/2 pulgadas o 1-1/2 pulgadas.

Desde el declive de la línea 10-11 en la Figura 8, se observará que la tirantez en pulgadas por libra de tensión es de 11.5. Este valor, que se relaciona con el recíproco del Módulo de Young se denominará en la memoria como ξ .

En la Figura 8, A indica el desplazamiento en pulgadas, B indica la tensión en libras. El punto 12 indica la ruptura repentina de la envoltura cayendo la tensión repentinamente a cero. El punto 12 es una medida de la tensión o fuerza aplicada en el punto de ruptura. La envoltura teniendo una curva de tirantez-tensión ilustrada en la Figura 8 estalló bajo una fuerza aplicada de 0.08 libras. La fuerza necesaria para romper la envoltura bajo las condiciones del ensayo arriba descrito se denominará en esta memoria como la resistencia al estirado en caliente.

Si la traza del estifete 10-12 de la figura 8 se extiende según indica la línea de puntos hasta el punto 13, en el que la distancia entre las mordazas es igual a la longitud original de la envoltura suspendida entre las garras (3 pulgadas), el desplazamiento de este punto 13 del eje Y es una medida de la tensión que se ejercería si se hubiere estirado la envoltura a su longitud original antes de romperse. Esta fuerza, que en la prueba ilustrada por la Figura 8 asciende a 0.13 libras, será mencionada en esta memoria como tensión encogiente.

La línea 12-14 de la Figura 8 intercepta el eje Y en 2.45 pul

-18-
283015



gadas, indicando que la envoltura media 2.45 pulgadas de longitud justamente antes de romperse. La longitud de la envoltura en el punto de ruptura dividido por la longitud original de la envoltura suspendida entre las mordazas y multiplicado por 100 (2.45 pulgadas \div 3 pulgadas x 100), se denominará en la memoria presente como porcentaje de recuperación. En la prueba ilustrada por la Figura 8, el porcentaje de recuperación de la envoltura fué de 82.

Las envolturas típicas del presente invento habían tenido las siguientes propiedades ilustrativas cuando se probaron en un Comprobador de Tensión Instron como el arriba descrito.

El cambio de longitud debido a encogimiento ΔL asciende de alrededor de 1.0 a 2.0 pulgadas.

La tensión en pulgadas por libra de tracción, E , es de unas 2.0 a unas 20.0 pulgada-libras.

La resistencia al estiramiento en caliente es de alrededor de 0.1 libra a 1.0.

La tensión de encogimiento es de alrededor de 0.08 a 0,50 libra.

El porcentaje de recobramiento asciende de alrededor de 81 a 150.

La resistencia de estallido es de por lo menos de unas 10 a 28 libras por pulgada cuadrada. La resistencia de reventamiento es la presión de aire en libras por pulgada cuadrada necesarias para estallar envolturas de colágeno secas expulsadas mediante extrusor que tenga una anchura de pared de 1 mil. Los valores de potencia de reventamiento expresados en esta memoria se determinan en un Comprobador Perkins Mullen (Modelo C). El líquido bajo presión que aumenta uniformemente se expansiona contra un diafragma de goma distensible y, simultáneamente, en un calibre de presión Bourdeon. El material a comprobar se agarra fuertemente a una placa de metal a través de la cual el diafragma es libre de expandirse a través de una abertura

283015



1962

5 circular contra una pulgada cuadrada de su superficie. Según la muestra se distorsiona bajo la presión, el diafragma toma el contacto exacto del material, distribuye uniformemente la presión sobre el área de prueba completa, y empuja sobre cualquier imperfección o sección débil para estallarla o romperla en ese punto. Cuando la presión cae en el momento de la ruptura, la manecilla principal del contador permanece estacionaria para indicar la presión exacta en el momento en que tuvo lugar el estallido.

EJEMPLO III

10 La masa de colágeno hinchado obtenida según el ejemplo I es forzada a través de una pantalla de filtro de 7 mil y expulsada mediante un extrusor en la columna 95 en forma de un tubo. Este tubo expulsado mediante un extrusor de fibrillas de colágeno hinchadas se coagula durante 6 minutos en un baño acuoso de sulfato amónico que contenga un 40% de sulfato amónico ajustado a un pH de 7.0 con hidróxido sódico y se lava previamente entonces durante un período igual de tiempo en un 15% de sulfato amónico ajustado semejantemente a pH 6.5.

20 Se efectúa el endurecimiento de alumbre de esta envoltura expulsada mediante un extrusor mediante tratamiento con una solución de alumbre que contenga un 6% de alumbre $[\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$, 1% de ácido cítrico y 4% de sulfato amónico. El tiempo de contacto es de 6 minutos y esta solución de alumbre curtiente se mantiene a pH 4.3. Después de la fase curtiente se limpia la envoltura en agua de agrifo durante 14 minutos usando dos cambios completos de agua
25 en el tanque 104. Se pasa la envoltura finalmente a través de un baño 109 que contenga 3.6% de glicerol, 20 partes por millón de formaldehído y 0.1% de bicarbonato sódico. El tiempo de permanencia en este baño es de 5 minutos. Después que se ha plastificado
30 la envoltura, se infla y seca durante 9 minutos en una corriente

283015



1962

rápida de aire a 80°C. y 8% de humedad relativa.

5 A continuación se trata la envoltura con una suspensión acuosa que contenga un 15% de una calidad comercial de clara de huevo en polvo y un 10% de glicerina. Esta suspensión se aplica en la superficie de la pared interior de la envoltura al ritmo de 1.4 mil. por pié de envoltura tratada y entonces se infla la envoltura y se seca durante 9 minutos en una corriente de aire de movimiento rápida a 80°C y 8% de humedad relativa.

10 Una envoltura típica secada, curtida y plastificada hecha de acuerdo con el procedimiento descrito en este ejemplo tenía una sección de cruz sustancialmente uniforme a lo largo de su eje mayor. La fariación en diámetro variaba menos del 5% de la media en toda la longitud de la envoltura. El exámen de una envoltura típica bajo un microscopio óptico mostró un gran número de gotitas grasas uniformemente dispersas en toda la pared de la envoltura. Algunas de las gotitas grasas observadas tenía un diámetro aproximadamente igual al grosor de la pared de la envoltura, que era de 0,95 ml. La potencia de reventamiento de la envoltura era de 16 libras por pulgada cuadrada. Las propiedades físicas determinadas mediante la comprobación de cuatro muestras de esta envoltura sobre un comprobador de Tensión Instron por el procedimiento arriba descrito y promediando los resultados fueron los siguientes:

25	ΔL ϵ Resistencia al estiramiento en caliente Tensión de encogimiento Recuperación (porcentaje)	1.55 pulgadas 3.80 pulgadas libra 0.339 libra 0.404 libra 93
----	---	--

30 La envoltura expulsada mediante un extrusor tenía un anchura de pared unidorme y numerosas medidas consecutivas de la potencia de estallido absoluta no variaban de la medida de estas medidas en más



del 10%. El producto podía ser fruncido, rellenado y ligado sin dificultad y adobado sin encogimiento indebido. Un análisis de esta envoltura indicaba la presencia de 0.41% de aluminio calculado como metal de aluminio.

EJEMPLO IV

Una masa homogénea de fibrillas de colágeno hinchadas (4% de sólidos de piel y 0.88% de ácido láctico) preparada según se describió en el Ejemplo I de arriba se filtra a través de un tamiz de filtro de 7 mil. y se expulsa mediante un extrusor en forma de un tubo utilizando un extrusor de disco del tipo descrito y reivindicado en la solicitud presentada en esta misma fecha del mismo solicitante nº 273.773.

Este tubo de colágeno expulsado mediante un extrusor de fibrillas de colágeno hinchadas se coagula durante 6 minutos en un baño de sulfato amónico acuoso que contenga un 40% de sulfato amónico ajustado a pH 7.0 con hidróxido amónico y entonces se lava previamente durante un período igual de tiempo en 15% de sulfato amónico similarmente ajustado a pH 6.5.

El endurecimiento de alambre de esta envoltura expulsada mediante un extrusor se efectúa por inmersión en una solución que contenga un 3% de alambre $\sqrt{\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}}$, 0.5% de ácido cítrico y 10% de sulfato amónico. El tiempo de contacto es de 6 minutos y el pH se mantiene a 4.3. Después de la fase de endurecimiento, la envoltura se lava en agua de grifo durante 14 minutos con dos cambios de agua. Finalmente se plastifica la envoltura mediante el paso a través de un baño que contenga un 3.6% de glicerol. El tiempo de permanencia en este baño es de 5 minutos. Después que la envoltura ha sido plastificada con glicerol, se infla y seca durante 9 minutos en una corriente de aire de movimiento rápido a 80°C. y 8% de humedad relativa. El producto resultante es una envoltura no fibrosa translúcida de fibrillas de colágeno adheridas.



Longitudes de veinticinco piés de envoltura se tratan con una suspensión acuosa que contenga un 15% de una calidad comercial de clara de huevo en polvo y un 10% de glicerol pasando esta suspensión a través de la envoltura y la envoltura se infla con aire y se cuelga durante 30 minutos a temperatura normal para el secado por aire. Las envolturas tratadas con albúmina-glicerol se curan después al calor en un horno de corriente de aire forzada a 72°C. y 27% de humedad relativa durante 24 horas.

Un producto típico hecho de acuerdo con este ejemplo, tenía una anchura de pared de 0.8 mil. y una resistencia de estallido de 12 libras por pulgada cuadrada. Las propiedades físicas determinadas mediante la comprobación de cuatro muestras de esta envoltura en un Comprobador de Tensión Instron por el procedimiento arriba descrito y promediando los resultados fueron las siguientes:

ΔL	1.67 pulgadas
ϵ	9.08 pulgada-libras
Resistencia al estiramiento en caliente	0.226 libras
Tensión de encogimiento	0.159 libras
Porcentaje de recuperación	118

Este producto puede ser fruncido, relleno y ligado sin dificultad y adobado satisfactoriamente sin encogimiento indebido.

Un análisis de esta envoltura indicaba la presencia de 0.35% de aluminio o 5.9% de alumbre calculado como $NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 24H_2O$.

EJEMPLO V

Una masa homogénea de fibrillas de colágeno hinchadas (4% de piel sólida, y 1.2% de ácido láctico) preparadas como se describe en el Ejemplo I de arriba, se filtra a través de un tamíz de filtro de 7 mil y se expulsa mediante un extrusor de forma de tubo. Este tubo de fibrillas de colágeno hinchadas se coagula durante 6 minutos en un baño acuoso de sulfato amónico que contenga un 40% de sul-

83015



1962

fato amónico ajustado a pH de 7.0 con hidróxido amónico y entonces se lava previamente durante un período igual de tiempo en 15% de sulfato amónico similarmente ajustado a pH 6.5.

El endurecimiento por alumbre de esta envoltura expulsada mediante un extrusor se efectúa mediante inmersión en una solución que contenga un 3% de alumbre $[\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$, 0,5% de ácido cítrico y 10% de sulfato amónico. El tiempo de contacto es de 6 minutos y esta solución curtiente de alumbre se mantiene a pH 4.3. Después de la fase de curtido, la envoltura se lava en agua de grifo durante 14 minutos usando dos cambios de agua. La envoltura se plastifica finalmente pasándola a través de un baño que contenga un 6.0% de glicerol, un 5% de unacalidad comercial de clara de huevo en polvo y un 0.3% de celulosa de carbosimetil de baja viscosidad. La celulosa carbosimetil tenía una viscosidad de 25-50 cps. en solución acuosa a 25°C, según se determinaba por un viscosímetro Brookfield y el grado de sustitución es de 0.75. Este derivado de la celulosa, identificado por la Hercules Powder Company como Grado 7LP, se considera tiene alrededor de un cuarto de las tres unidades disponibles de anhidro-glucosa sustituidas con grupos de carboximetil. El tiempo de permanencia en este baño es de 5 minutos. La envoltura se aclara durante 1 minuto, pasandola a través de un baño de agua. Después de haber sido lavada la envoltura se infla y seca a 80°C. y 8% de humedad relativa durante 9 minutos. La envoltura seca se cura entonces al calor en un horno de corriente de aire forzada a 72°C. y 27% de humedad relativa durante 24 horas.

Una envoltura típica obtenida así tenía un grosor de pared de 1.0 mil y una resistencia al estallido de 22 libras por pulgada cuadrada. Las propiedades físicas determinadas ensayando cuatro muestras de esta envoltura en un Comprobador de Tensión Instron por el procedimiento arriba descrito y promediando los resultados fueron como sigue:

283015-



ΔL	1.56 pulgadas
ϵ	5.53 pulgada-libras
Resistencia al estiramiento en caliente.	0.291 libras
Tensión de encogimiento	0.265 libra
Porcentaje de recuperación	104

5

Este producto se rellenaba y ligaba satisfactoriamente y se adobaba satisfactoriamente sin exclusivo encogimiento.

EJEMPLO VI

10

Una masa homogénea de fibrillas de colágeno hinchadas (3.7% de sólidos de cuero y 1.2% de ácido láctico) preparada según se describe en el ejemplo I de arriba se filtra a través de un tamiz de filtro de 7-mil y se expulsa mediante un extrusor en forma de tubo de tal manera que se le dé un poco de orientación transversal (a las fibrillas de colágeno) a la dirección de la extrusión.

15

El tubo de colágeno expulsado mediante extrusor de las fibrillas de colágeno hinchadas se coagula durante 6 minutos en un baño de sulfato amónico acuoso que contenga un 40% de sulfato amónico ajustado a pH 7 con hidróxido amónico y después prelavado durante 2 minutos en 4% de sulfato amónico semejantemente ajustado a pH 6.5.

20

El endurecimiento por alumbre de esta envoltura expulsada mediante un extrusor se efectúa mediante inmersión en la solución de alumbre de la composición descrita debajo en la Tabla I. El tiempo de contacto es de 5 minutos y el pH se mantiene en el punto indicado en la Tabla I. Después de la fase curtiente, la envoltura se lava durante 30 minutos en agua de grifo. La envoltura se plastifica a continuación pasándola a través de un baño que contenga un 6% de glicerol, siendo al tiempo de permanencia de 2 minutos. Después que la envoltura ha sido plastificada con glicerol se infla y seca al aire. Una muestra de cada envoltura así preparada se cura al calor en un horno de aire forzado a 80°C. y 27% de humedad relativa du-

25

30



283519

rante 24 horas. Las características físicas de las envolturas así producidas se muestran en la Tabla I. Se observará que los experimentos numerados impares se refieren a productos que no habían sido curados al calor. Los productos numerados pares habían sido todos curados al calor durante 24 horas a 80°C y 27% de humedad relativa.

EJEMPLO VII

Los productos del presente invento pueden ser modificados mezclando fibras de celulosa, por ejemplo fibras de madera blanda o dura, dentro de las fibrillas de colágeno de piel de vaca inchadas que se utilizan como material de partida. Estas fibras pueden tener de 9000 a 70.000 Angstroms de diámetro y de alrededor de 23.000 Angstroms a 400 micras de longitud. A diferencia de las fibras de colágeno que pueden afectar adversamente el rellenado, ligazón y adobado de las envolturas de colágeno del presente invento, estas fibras extrañas celulósicas no tienen tal efecto. Aunque esta modificación del presente invento no debe estar limitada por una teoría particular, se cree que estas fibras extrañas están encapsuladas en una matriz de fibrillas de colágeno adheridas y actúa diferentemente de las fibras de colágeno porque aparentemente no existe adhesión entre la fibra extraña y la matriz adyacente de fibrillas de colágeno adheridas. En cualquier caso, las fibras celulósicas que tienen las dimensiones descritas arriba pueden estar presentes en la envoltura final. Las envolturas que contienen un 20% por peso de tales fibras celulósicas han demostrado ser satisfactorias.

Se descongelan y cortan en cuadrados de 1 pulgada 46 Kg. de piel de novillo fresca helada, de la que el pelo y la capa epidérmica han sido quitados previamente con una máquina resquebrajadora del cuero. Los cuadrados de piel se pasan a través de un molino de carne utilizando tamaños de agujeros de 3/4 pulgadas y 3/8 y 3/16 pulgadas. El cori6n de la piel finalmente molido se combina entonces con



283013

una dispersión de 2 kg. de fibras de celulosa de madera fina en 75 litros de agua. La mezcla piel-celulosa-agua se mezcla entonces con 3.2 kg. de 88% de ácido láctico y agua suficiente para traer el peso total de la mezcla final hasta 240 kilos.

5

10

15

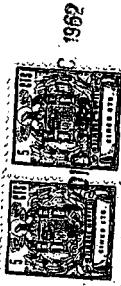
20

25

30

283015

TABLA I



CURTIDO	BANO		Resistencia humedad (gramos)	Resistencia estallido L	Tensión encogimiento	Porcentaje recuperación	Resistencia tensión caliente	E	Curado calor
	% Alumbre	% (NH ₄) ₂ SO ₄							
1	18	8	431.2	22	0.113	89	0.086	118.0	No
2	18	8	431.2	17	0.192	114	0.297	7.95	Si
3	18	8	278.7	17	0.105	91	0.082	119.1	No
4	18	8	278.7	24	0.162	98	0.155	9.37	Si
5	12	8	320.0	28	0.106	89	0.078	119.0	No
6	12	8	320.0	16	0.224	103	0.233	6.60	Si
7	12	8	263.7	20	0.105	89	0.076	119.4	No
8	12	8	263.7	20	0.184	123	0.324	7.63	Si
9	6	4	222.5	18	0.107	76	0.059	118.9	No
10	6	4	222.5	22	0.265	104	0.307	5.68	Si
11	6	4	220.0	16	0.111	84	0.076	118.5	No
12	6	4	220.0	11	0.249	108	0.318	6.33	Si
13	6	4	230.0	16	0.115	81	0.073	117.8	No
14	6	4	230.0	20	0.269	118	0.455	6.15	Si

28301



La mezcla así obtenida tiene la siguiente composición,

Sólidos de piel	4.0%
Fibras de celulosa de madera blanda	0.8%
Acido láctico	1.2%
Agua	94,0%

Después de un período de hinchamiento de al menos tres horas, la mezcla se vuelve a dispersar en un homogeneizador adecuado tal como el homogenizador Mantongoulin (Modelo 125-K-5ES), provisto de una válvula de 2 fases y operando con una caída por fase de 1500 (libra/pulgada²). La mezcla de fibrillas de colágeno hinchadas y fibras de celulosa así obtenida se desairea en el vacío, se fuerza a través de un filtro tamiz de acero inoxidable de 8 mil x 40 mil y se expulsa mediante un extrusor del tipo descrito al ritmo aproximado de 13 pies por minuto en forma de tubo usando un extrusor de disco del tipo descrito y reivindicado en la solicitud pendiente presentada en esta misma fecha del mismo solicitante, nº 273.773. Este tubo expulsado mediante un extrusor se coagula durante 6 minutos en un baño de sulfato amónico acuoso que tenga un peso específico de 1.215 (aproximadamente 36-40% de sulfato amónico), ajustado a pH 7.5 y entonces se lava previamente durante un período igual de tiempo en 16% de sulfato amónico similarmente ajustado para aproximarse a la neutralidad. El endurecimiento de esta envoltura expulsada mediante un extrusor se efectúa mediante inmersión en una solución que contenga un 3% de alumbre $[\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$, 0.6% de ácido cítrico y 6% de sulfato amónico. El tiempo de contacto es 10 minutos y el pH se mantiene a 4.7

Después de la fase de endurecimiento, la envoltura se lava con agua de grifo durante 35 minutos y se plastifica pasándola a través de una solución que contenga 3 volumen-por ciento de glicerol y 0.8 peso-por ciento de carboximetil celulosa de escasa viscosidad. El



DIC 1967

283015

5 pH de este baño plastificante es de 6.5 y el tiempo de permanencia es de unos 9 minutos. La envoltura plastificada se infla y seca durante 9 minutos en la corriente de aire de movimiento rápido a unos 80°C. Este producto se cura al calor aumentando la temperatura de 25°C. a 80°C. durante un período de 8 horas y después se mantiene la temperatura de 80°C. durante 24 horas adicionales.

10 Las envolturas típicas obtenidas por el procedimiento descrito en este ejemplo tenían una grosor de pared de 1.1 mils y una resistencia al estallido seco de 16 libras por pulgada cuadrada. Las propiedades físicas determinadas al ensayar cuatro muestras de esta envoltura en un Comprobador de Tensión Instron por el procedimiento arriba descrito y promediando los resultados fueron los siguientes:

ε	4.5 pulgadas-libra
Resistencia al estiramiento en caliente	0.685 libra
Tensión de encogimiento	0.32 libra
Porcentaje de recuperación	125

15 Siete piezas de envoltura, cada una de unos 20 pies de longitud se rellenaron con embutido usando un llenador de 300 libras Buffalo. La envoltura rellena se ligó en una máquina juntadora Franco . No se observaron fallos en la ligazón y el resultado del adobamiento de los embutidos rellenos así obtenido fué satisfactorio.

EJEMPLO VIII

25 Mezcla de fibrillas de colágeno hinchadas y fibras de celulosa de madera dura teniendo la siguiente composición:

Sólidos de piel	4.0%
Celulosa de madera dura	0.8%
Acido láctico	1.2%
Agua	94,0%

30 Se prepara por el procedimiento descrito arriba en el Ejemplo VII. Este material se expulsa mediante un extrusor en forma de tubo



283615

al ritmo aproximado de 13 pies por minuto utilizando un extrusor de discos del tipo descrito y reivindicado en la solicitud pendiente presentada en esta misma fecha n° 273.773.

Este tubo extrusionado se coagula durante 6 minutos en un baño de sulfato amónico acuoso que tenga un peso específico de 1.200 (aproximadamente 36-40% de sulfato amónico), ajustado a pH 7.5 y entonces se prelava durante un período igual de tiempo en 16% de sulfato amónico semejantemente ajustado para aproximarse a la neutralidad. El endurecimiento de esta envoltura estrusionada se efectúa por inmersión en una solución que contenga un 3% de alumbre $\sqrt{\text{NH}_4 \text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}}$ 0.6% de ácido cítrico y 6% de sulfato amónico. El tiempo de contacto es de 10 minutos y este pH se mantiene a 4.35.

Después de la fase de endurecimiento, la envoltura se lava con agua de grifo durante 35 minutos y se plastifica pasándola a través de una solución que contenga un volumen de 3 por ciento de glicerol y un peso de 0.8% de carboximetil celulosa de baja viscosidad. El pH de este baño plastificante es de 6.5 y el tiempo de permanencia es de unos 9 minutos en una corriente de aire de movimiento rápido a unos 80°C. Este producto se cura al calor aumentando la temperatura de 25°C. a 80°C. durante un período de 8 horas y después manteniendo la temperatura a 80°C. durante 24 horas adicionales. Después de la fase de curación al calor, el interior de la envoltura se espolvorea con albúmina de huevo seca antes del rellenado.

Las envolturas típicas así obtenidas tenían una anchura de pared de 1.0 mil. Las propiedades físicas según fueron determinadas al ensayar cuatro muestras de esta envoltura en un Comprobador de Tensión Instron por el procedimiento arriba descrito y promediando los resultados fueron como sigue:

ξ	4.5 pulgada-libra
Resistencia al estiramiento en caliente.	0.402 libra



5 ABR 1963

Tensión de encogimiento 0,305 libra

Porcentaje de recuperación 105

El producto podía ser fruncido, relleno y ligado sin dificultad y adobado sin encogimiento indebido.

5 El uso de un baño de alumbre para endurecer las envolturas de colágeno extrusionado y el producto así obtenido se describe y reivindica en la solicitud de patente estadounidense Serie No. 64.664, presentada el 24 de Octubre de 1960.

10 El tratamiento de las envolturas de colágeno extrusionado con carboximetil celulosa y los productos así obtenidos se describen y reivindican en la solicitud de patente estadounidense Serie No 64.310, presentada el 24 de Octubre de 1960.

15 El tratamiento de las envolturas de colágeno extrusionado con material albumínico y los productos así obtenidos se describen y reivindican en la solicitud de patente estadounidense Serie No 64.291, presentada el 24 de Octubre de 1960.

La invención descrita e ilustrada anteriormente y protegida por esta Patente se define en las siguientes reivindicaciones,

REIVINDICACIONES

20 En resumen la Patente de Invención cuyo registro se solicita recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

25 1. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios, particularmente embutidos caracterizadas porque la envoltura está esencialmente libre de fibras de colágeno pero comprende fibrillas de colágeno adheridas y además caracterizadas por la presencia en toda la envoltura de gotitas pequeñas de grasa dispersas.

30 2. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios, particularmente embutidos caracterizadas porque comprenden una membrana comestible no fibrosa que



28315
15 ABR 1963

comprende fibrillas de colágeno de piel adheridas.

5 3. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios, particularmente embutidos, caracterizadas porque comprenden una membrana comestible traslúcida no fibrosa que comprende fibrillas de colágeno de piel adheridas no encaladas.

10 4. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios, particularmente embutidos, caracterizadas porque comprenden una masa de fibrillas de colágeno de piel adheridas para formar una membrana comestible.

15 5. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una masa de fibrillas de colágeno de piel no encaladas para formar una membrana comestible traslúcida.

20 6. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una membrana comestible que incluye un material fibroso no colágeno en una matriz de fibrillas de colágeno de piel adheridas para formar una estructura hialoide.

25 7. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una membrana comestible que incluye un 10% ó 20% de un material no colágeno encapsulado en una matriz de fibrillas de colágeno de piel no encaladas adheridas para formar una estructura hialoide traslúcida.

30 8. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una membrana comestible que incluye fibras de celulosa en una matriz de fibrillas de colágeno de piel adheridas para formar una estructura hialoide.

9. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles arti-



282015

ficiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una membrana comestible que incluye fibras de madera blanda en una matriz de fibrillas de colágeno de piel adheridas para formar una estructura hialoide.

5

10. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una membrana comestible que incluye gotitas grasas en una matriz de fibrillas de colágeno de piel adheridas para formar una estructura hialoide.

-10

11. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una membrana comestible esencialmente libre de fibras de colágeno que incluye gotitas grasas en una matriz de fibrillas de colágeno de piel para formar una estructura hialoide.

15

12. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una membrana comestible no fibrosa que incluye fibrillas de colágeno de piel adherida, permaneciendo generalmente dichas fibrillas paralelas a la superficie de la membrana.

20

13. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una película continua comestible que incluye fibras de celulosa encapsuladas en una matriz de fibrillas de colágeno de piel no encaladas adheridas a una estructura hialoide traslúcida.

25

14. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una película continua comestible que incluye de 10 a un 20% aproximadamente de fibras de madera blanda encapsulada en una matriz de fibrillas de colágeno del piel no encaladas adheridas para formar una estructura hialoide traslúcida.

30



2 10 15

5

15. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una película continua comestible no fibrosa que incluye gotitas grasas encapsuladas en una matriz de fibrillas de colágeno de piel no encoladas adheridas para formar una estructura hialoide traslúcida.

10

16. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una película continua no fibrosa comestible que incluye fibrillas de colágeno de piel no encoladas adheridas, estando dichas fibrillas generalmente paralelas a la superficie de la película.

15

17. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura no tóxica que incluye fibrillas de colágeno de piel adheridas en forma de un tubo.

20

18. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura no tóxica que incluye fibrillas adheridas de colágeno de piel para formar un tubo hialoide.

25

19. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura no tóxica que incluye un material fibroso no colagenoso en una matriz hialoide de fibrillas de colágeno de piel adheridas.

30

20. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura no tóxica que incluye fibras de celulosa en una matriz hialoide de fibrillas de colágeno de piel adherida.

21. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura no tóxica que incluye fibras de madera blanda en una matriz hialoide de fibrillas de colágeno de piel adherida.



283015

15 ABR 1910

22. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura no tóxica que incluye gotitas grasas en una matriz hialoide de fibrillas de colágeno de piel adheridas.

5 23. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura no tóxica que incluye fibrillas de colágeno de piel en forma de un tubo y caracterizada por la presencia en toda ella de gotitas grasas.

10 24. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura no tóxica que incluye fibrillas de colágeno de piel adherida en forma de un tubo, dichas fibrillas estando orientadas al azar y permaneciendo generalmente paralelas a la superficie de la pared tubular.

15 25. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura comestible no tóxica y no fibrosa translúcida de fibrillas de colágeno derivadas de piel no encalada.

20 26. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura comestible no tóxica ni fibrosa translúcida de fibrillas de colágeno derivadas de piel no encalada adherida para formar un tubo hialoide.

25 27. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura translúcida comestible no tóxica que comprende una matriz hialoide de fibrillas de colágeno adheridas derivadas de la piel no encalada, caracterizándose dicha matriz por la presencia en
30 la misma de alrededor de 10 a 20 por ciento de un material fibroso no



ABR 1967

2.83015

colagenoso.

5 28. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura comestible no tóxica translúcida que comprende una matriz hialoide de fibrillas de colágeno adheridas derivadas de piel no encalada, estando caracterizada dicha matriz por la presencia en la misma de alrededor de un 10 a un 20% de fibras de celulosa.

10 29. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura comestible translúcida no tóxica que incluye una matriz hialoide de fibrillas de colágeno adheridas derivadas de piel no enclada, estando caracterizada dicha matriz por la presencia en la misma de aproximadamente un 10 a un 20% de fibras de madera blanda.

15 30. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura comestible no tóxica translúcida que incluye una matriz hialoide de fibrillas de colágeno adheridas derivadas de piel no encalada, estando caracterizada dicha matriz por la presencia en la misma de gotitas grasas.

20 31. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios caracterizadas porque comprenden una envoltura comestible translúcida no tóxica de fibrillas de colágeno adheridas derivada de pieles no encaladas, estando paralelas la mayoría de dichas fibrillas a la superficie de la envoltura y orientadas al azar.

25 32. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales para artículos alimenticios según la reivindicación 17, caracterizadas porque dicha envoltura tiene forma fruncida.

30 33. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles ar-



5 ABR 1963

5

tificiales para artículos alimenticios, según la reivindicación 18, caracterizadas porque dicha envoltura tiene forma fruncida.

34. Mejoras en la fabricación de envolturas comestibles artificiales según la reivindicación 19, caracterizadas porque dicha envoltura tiene forma fruncida.

10

35. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "MEJORAS EN LA FABRICACION DE ENVOLTURAS COMESTIBLES ARTIFICIALES PARA ARTICULOS ALIMENTICIOS, PARTICULARMENTE EMBUTIDOS".

Todo tal y como se representa en los dibujos adjuntos y como se describe en la presente memoria, que consta de treinta y seis páginas escritas a máquina.

15

Madrid, 1 de Diciembre de 1962

ALFONSO UNGRIA

P.P.

20

25

30

283015

283015



24

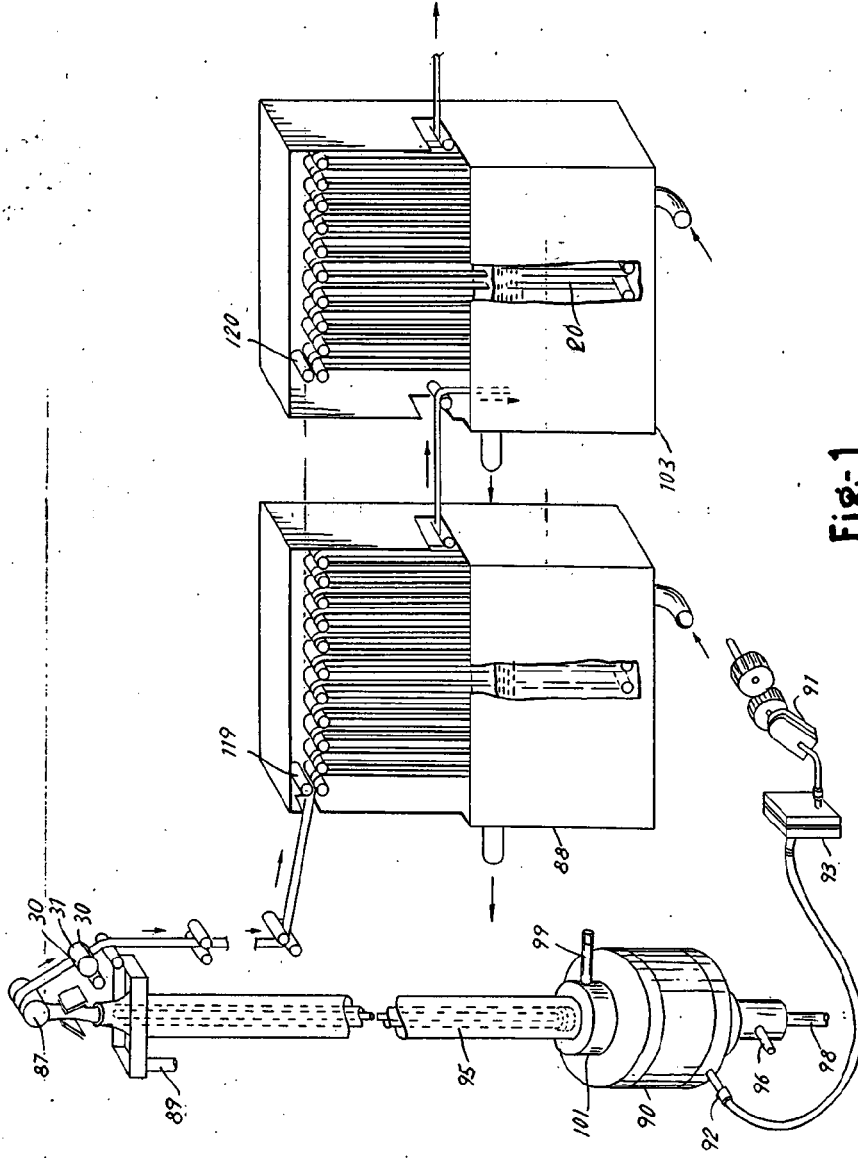


Fig-1

ESCALA VARIABLE
 Madrid, 1 de Diciembre de 1962
 ALFONSO UNGRIA
 P.P. *[Signature]*

283015

283015

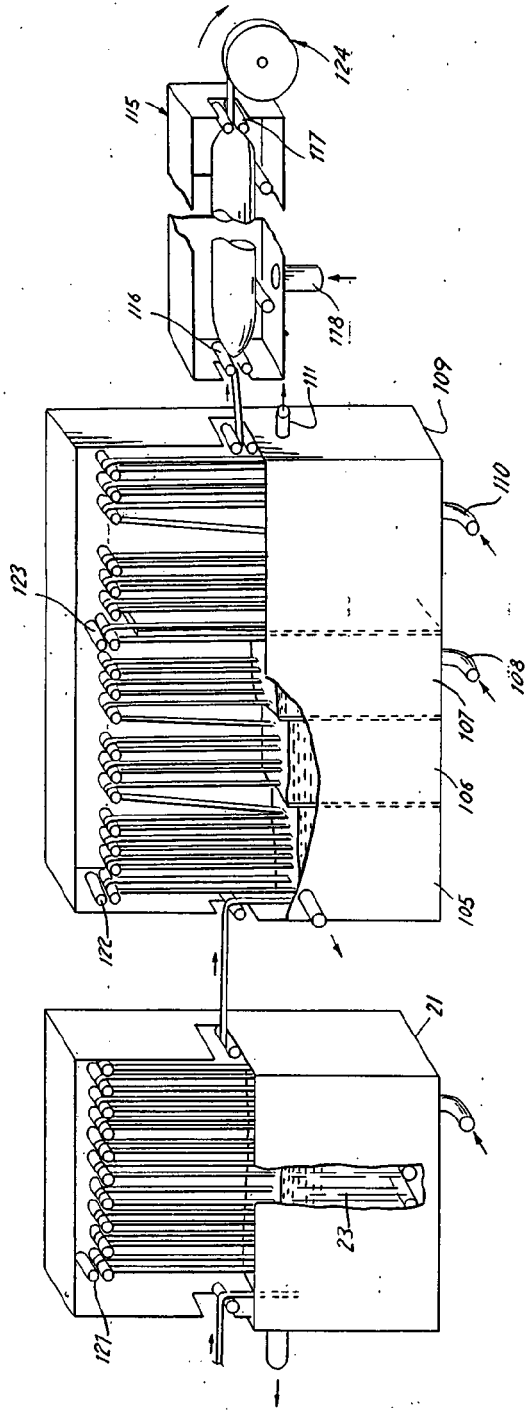


Fig. 2

ESCALA VARIABLE
 de Diciembre de 1962
 Madrid, ALFONSO UNGRIA P.P.

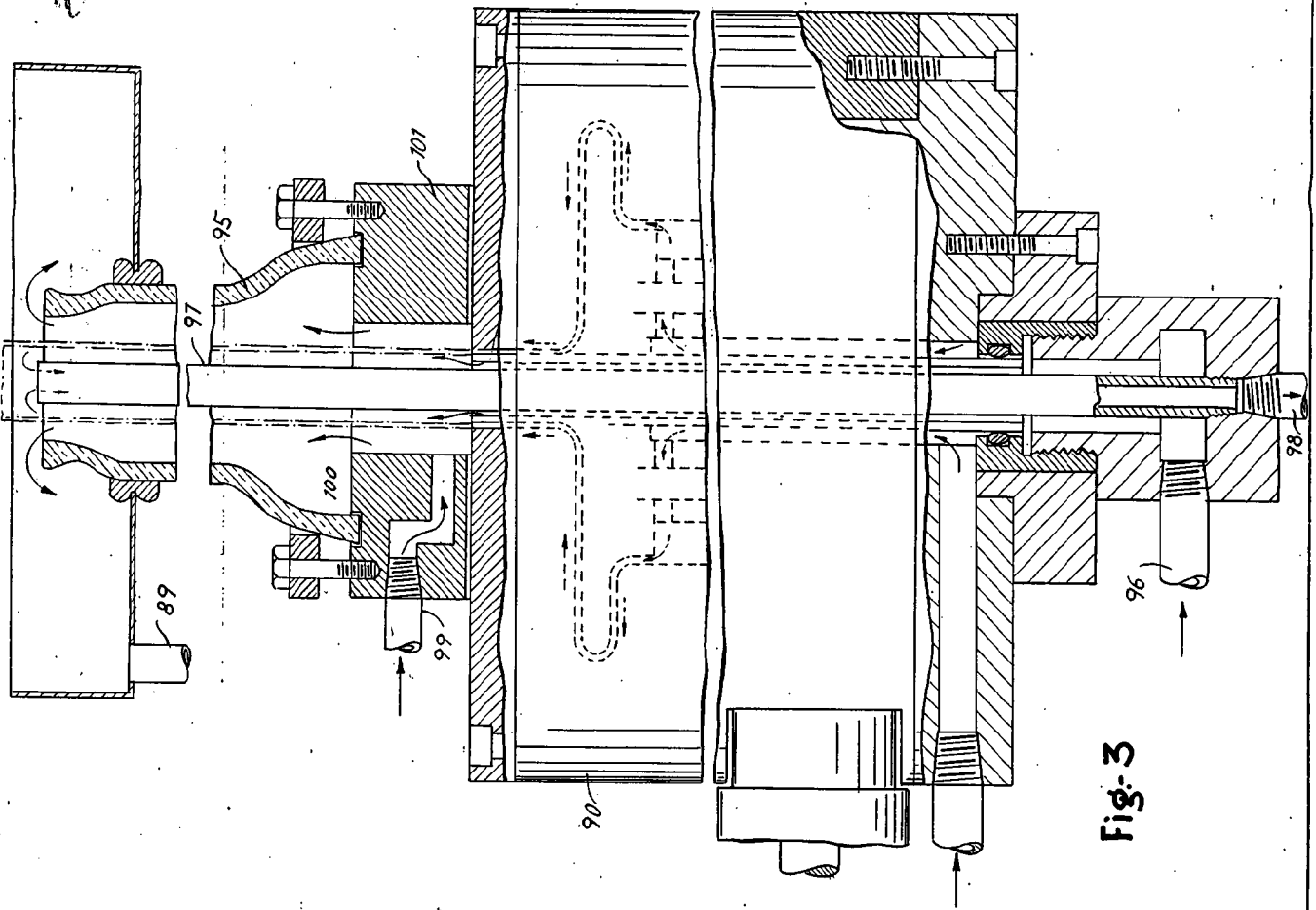


Fig-3

ESCALA VARIABLE
 Medid. 1 de Diciembre de 1962
 ALFONSO UNGRIA
 P.P. *[Signature]*

283015

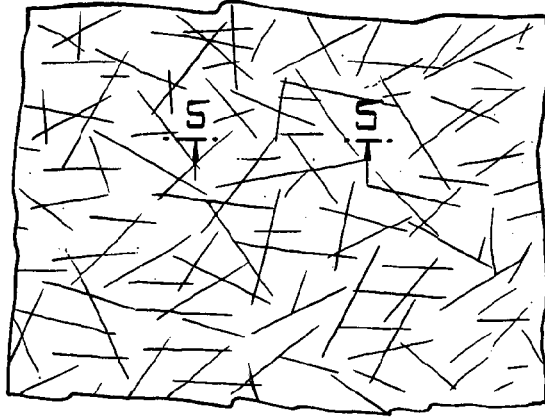


Fig. 4

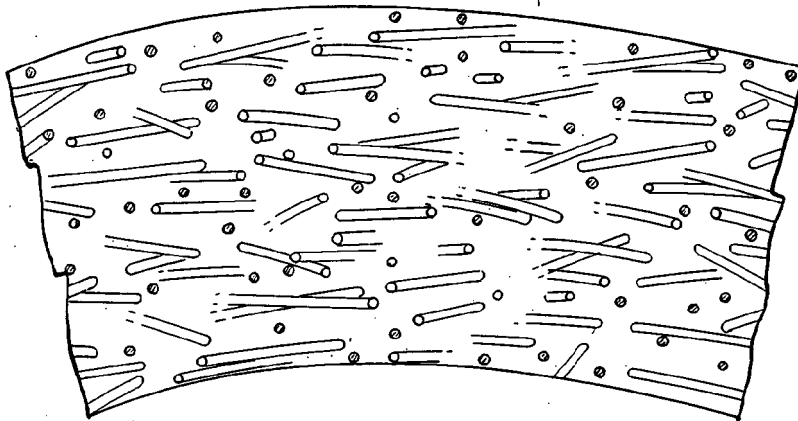


Fig. 5

ESCALA VARIABLE

Madrid, 4 de Diciembre de 1962,

ALFONSO UNGRIA

P.P.

283015



Fig-6

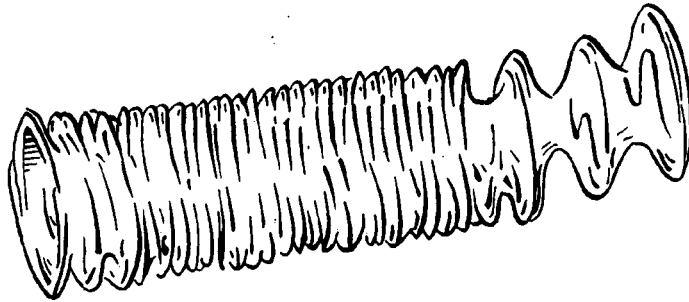
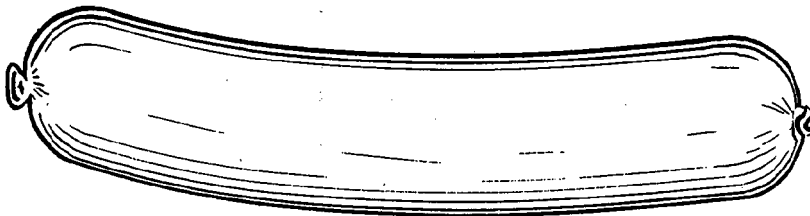


Fig-7



ESCALA VARIABLE

Madrid, 1 de Diciembre de 1962

ALFONSO UNGRIA

P.P.

283015

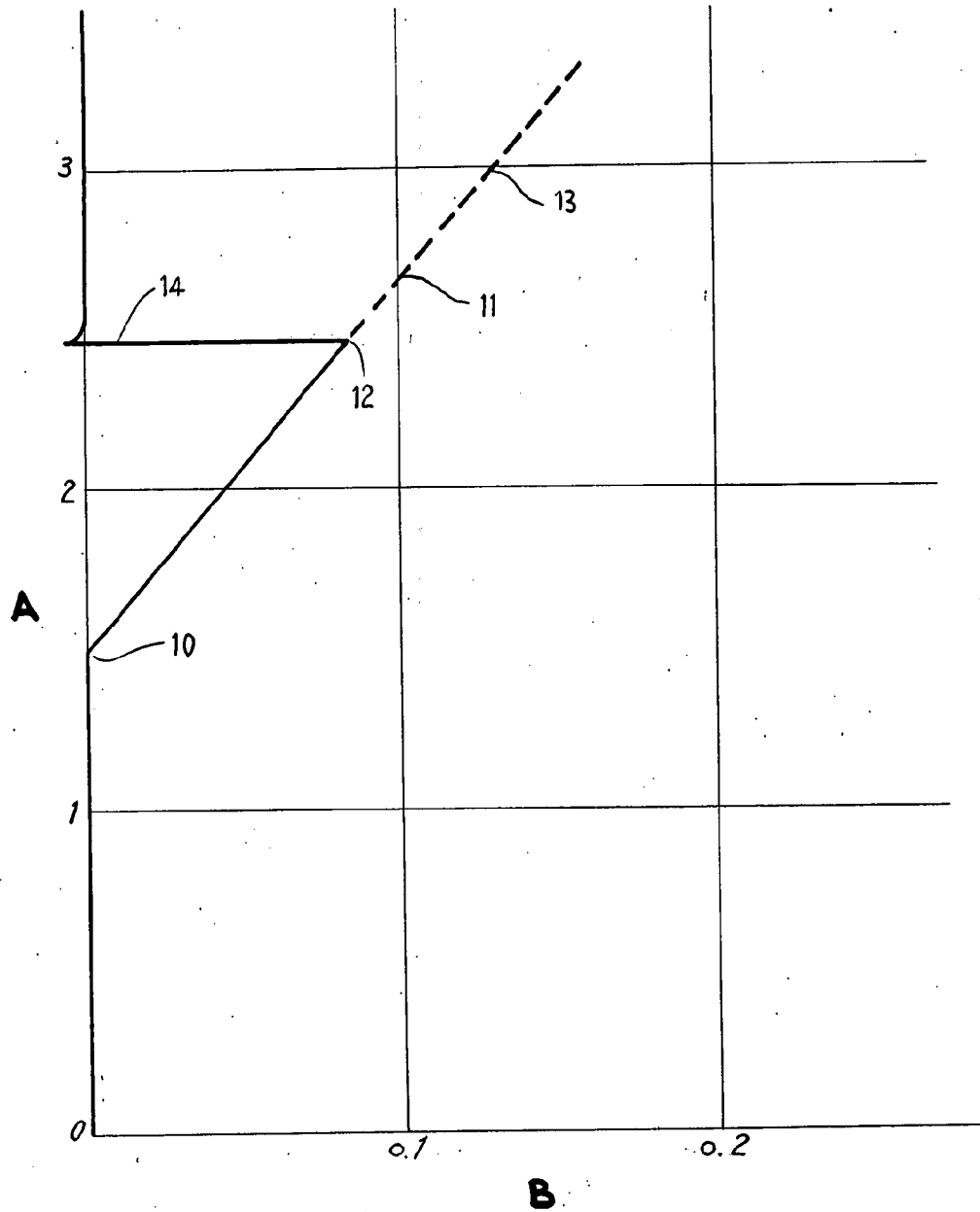


Fig-8

ESCALA VARIABLE

Madrid, 1 de Diciembre de 1962

ALFONSO UNGRIA

P.P.