



19	ES	11	NUMERO	10	AI
		21			
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			44-7376		
			27-4-76		

PATENTE DE INVENCION

P.- 62.654

FP-9781-SP

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
572.322	28-4-75	EE.UU.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C14C/A23P	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"UN METODO DE PREPARAR UNA COMPOSICION DE COLAGENO CONFORMABLE"		
71 SOLICITANTE (S)		
UNION CARBIDE CORPORATION		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
270 Park Avenue, Nueva York, Nueva York, 10017, Estados Unidos de América		
72 INVENTOR (ES)		
Thomas Engel Higgens		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ		

1 La presente invención se refiere a composi-
ciones de colágeno mejoradas, y más particularmente se re-
fiere a composiciones de colágeno comestibles especialmente
útiles como envolturas tubulares para alimentos, y a un mé-
5 todo para fabricarlas.

En la fabricación de envolturas tubulares pa-
ra alimentos con materiales tales como el colágeno, se han
encontrado problemas a causa de la naturaleza, delicada,
frágil y pegajosa, de los materiales. Por ejemplo, en un mé-
10 todo bien conocido de preparar una tira continua de material
colagénico tubular, generalmente se infla con aire un tubo
de colágeno extruido, se seca parcialmente para darle un
cierto grado de resistencia que le permite resistir el tra-
tamiento posterior, y después generalmente se aplasta para
15 que forme una tira aplanada de dos capas, y se lleva a tra-
vés de una serie de baños de tratamiento líquido. El aplana-
miento del tubo sirve para impedir el "acordonamiento" del
material tubular y/o la retención de aire mientras avanza
por los baños de tratamiento líquido.

20 El inflar de nuevo el tubo aplanado que pro-
cede de los baños de tratamiento líquido es necesario para
el tratamiento posterior, tal como el secado y el dimensio-
namiento. Además, en la fabricación de envolturas para ali-
mentos el tubo seco se frunce después generalmente y se pren-
25 sa, para obtener segmentos cortos del mismo, llamados común-
mente cartuchos envolventes fruncidos. Aunque la operación
de fruncido puede realizarse inmediatamente después de la
operación de secado y dimensionamiento, es muy frecuente
que la envoltura seca se almacene en carretes y después se
30 introduzca por separado en las máquinas fruncidoras.

1 Como saben los expertos en la técnica, el in-
flado de nuevo del tubo aplanado para darle una configura-
ción tubular se efectúa típicamente inyectando una corrien-
te de aire a presión en el tubo aplastado. Al volver a in-
5 flar un material tubular delicado y frágil tal como el fa-
bricado de colágeno, el uso de presiones excesivas de aire
puede reventar o debilitar seriamente la pared del tubo, o
puede perjudicar sus características de alargamiento o esti-
ramiento. Por consiguiente, se usa preferiblemente una pre-
10 sión interna relativamente baja para inflar y conservar el
colágeno tubular en una configuración tubular. Sin embargo,
por la tendencia del colágeno tubular a adherirse, las su-
perficies de la pared interior del tubo aplanado se adhie-
ren entre sí, haciendo muy difícil el volver a inflar el tu-
15 bo sin estropearlo. Se han sugerido métodos y aparatos para
resolver el problema, como se ha descrito, por ejemplo en
la Patente de los EE.UU. nº 3.619.442 concedida a Henderson,
pero la eliminación de la tendencia del tubo de colágeno a
la adhesión sería, naturalmente, una mejora deseable.

20 Antes de ahora se ha sugerido, como se des-
cribe por ejemplo en las Patentes de los EE.UU. Nos 2.114.
220, de Freudenberg y otros, 3.446.633, de Palty, 3.551.535
de Henderson y otros, y 3.627.542, de Cohly y otros, que se
podían incorporar cierto número de materiales diferentes en
25 las composiciones de colágeno durante su tratamiento, o
usarse para tratar estructuras de colágeno durante su trata-
miento o transformación, para mejorar o modificar las pro-
piedades de los productos de colágeno conformados. Sin em-
bargo, y que sepan los autores de esta invención, no puede
30 encontrarse ninguna descripción que se refiera a la solu-

1 ción o eliminación de los problemas causados por las carac
terísticas de adherencia de los materiales de colágeno, tan
to durante la formación de estructura de colágeno como en
las propias estructuras conformadas.

5 Según la presente invención, se proporciona
un método para preparar composiciones de colágeno mejoradas,
que comprende incorporar uniformemente un aditivo de anti-
adherencia seleccionado del grupo que consta de ésteres par
ciales de ácidos grasos de un alcohol polivalente que con-
10 tienen al menos un grupo hidroxilo libre, ésteres parciales
de ácidos grasos acetilados de un alcohol polivalente que
contienen al menos un grupo hidroxilo libre, y mezclas de
los mismos, en una composición de colágeno conformable, en
una cantidad de al menos aproximadamente 1% en peso del con
15 tenido de sólidos de dicha composición de colágeno. Se ha
descubierto que el uso de estas composiciones de colágeno
mejoradas da como resultado, de modo sorprendente e inesp
erado, estructuras de colágeno conformadas tales como, por
ejemplo, una envoltura de colágeno tubular para alimentos,
20 que tiene características mejoradas de antiadherencia.

Se proporciona también, según la invención,
una composición de colágeno homogénea conformable que com
prende al menos aproximadamente 1% en peso, de su contenido
total de sólidos, de un aditivo de antiadherencia dispersa
25 do uniformemente en la misma, estando dicho aditivo de anti
adherencia seleccionado del grupo que consta de ésteres par
ciales de ácidos grasos de un alcohol polivalente que con
tienen al menos un grupo hidroxilo libre, ésteres parciales
de ácidos grasos acetilados de un alcohol polivalente que
30 contienen al menos un grupo hidroxilo libre, y sus mezclas.

1 Preferiblemente, las composiciones de colágeno de la inven-
ción comprenden al menos aproximadamente 0,1 en peso de sólidos de colágeno, y contienen fibras no colagenosas en una
cantidad de desde aproximadamente 5% a aproximadamente 30%
5 del peso del contenido de sólidos de dicha composición.

La referencia a las expresiones "sólidos totales", "contenido de sólidos" y "contenido de sólidos secos", tal como se usan en toda esta Memoria descriptiva y en las reivindicaciones anexas con respecto a las composiciones de colágeno de la invención, pretende aludir, y así
10 ha de entenderse, al peso de todos los ingredientes existentes en tales composiciones, con exclusión del agua.

Para obtener las composiciones de colágeno de la presente invención, el aditivo de antiadherencia se añade a las composiciones de colágeno, y con preferencia se dispersa uniformemente en ellas, antes de formar las estructuras conformadas deseadas con ellas, como por ejemplo envolturas tubulares para alimentos. Se ha encontrado que la preparación del aditivo de antiadherencia en forma de una
15 emulsión acuosa antes de añadir el aditivo a la composición de colágeno, es especialmente ventajoso para lograr dispersiones uniformes del mismo en la composición de colágeno. De este modo, el aditivo de antiadherencia se incorpora y se dispersa uniformemente en la pared de la estructura de
20 colágeno conformada, y proporciona características mejoradas de antiadherencia durante toda la secuencia de tratamiento de la misma, sin interferir en la secuencia de tratamiento empleada, ni perjudicarla.

Además de impartir propiedades de antiadherencia a las estructuras de colágeno formadas, se ha encon
25 30

1 trado que las envolturas tubulares comestibles para alimen-
tos preparadas según la práctica de la invención muestran
en general propiedades culinarias y de relleno mejoradas,
y particularmente mayor resistencia a las "grietas por freí-
5 dura", un problema que puede surgir durante el cocinado de
un producto alimenticio con envoltura.

Las composiciones de colágeno de la inven-
ción pueden prepararse por cualquiera de los métodos conoci-
dos en la técnica del uso de tejidos de colágeno obtenido
10 a partir de una variedad de materias primas, como por ejem-
plo recortes de pieles animales, encaladas o no, y tendo-
nes.

Los aditivos de antiadherencia que son ade-
cuados para uso según la presente invención son ésteres par-
15 ciales de ácidos grasos de alcoholes polivalentes que con-
tienen al menos un grupo hidroxilo libre, ésteres parciales
de ácidos grasos acetilados de alcoholes polivalentes, y
sus mezclas.

La expresión "ácido graso", tal como se usa
20 aquí, define un grupo de ácidos carboxílicos alifáticos que
existen ampliamente en las grasas y aceites naturales y sus
sustancias semejantes. Tales ácidos contienen generalmente de
8 a 22 átomos de carbono y pueden ser saturados o no satura-
dos. Los alcoholes polivalentes usados para formar los és-
25 teres son alcoholes que contienen al menos 3 átomos de car-
bono, tales como dietilenglicol, propilenglicol, glicerina,
sorbita, manita y similares.

Los ésteres parciales de ácidos grasos que
pueden usarse como aditivos de antiadherencia son los mono-
30 y diglicéridos grasos, y preferiblemente monoglicéridos gra-

1 sos, preparados con ácidos grasos que contienen preferible-
mente 12-18 átomos de carbono que están esterificados con
un alcohol polivalente y que contienen al menos un grupo hi-
droxilo libre. Son monoglicéridos grasos ilustrativos prefe-
5 ridos el monoestearato de glicerina, monooleato de glicerina,
monopalmitato de glicerina, monolaurato de glicerina,
etc., que se venden con la marca de fábrica de MYVEROL.

Los ésteres parciales de ácidos grasos ace-
tilados que pueden emplearse según la invención son los de-
10 rivados de mono- y diacetato de ésteres parciales de ácidos
grasos, tales como diacetato de monoestearato de glicerina,
monoacetato de monoestearato de glicerina, diacetato de mo-
nooleato de glicerina, y similares. Los monoglicéridos de
ácidos grasos acetilados preferidos ilustrativos se venden
15 con la marca de fábrica de MYVACET.

En una realización preferida de la invención
un tejido que contiene colágeno, como por ejemplo recortes
de piel animal encalada, limpiada y lavada por métodos muy
conocidos en la técnica, se cortan en pedazos menudos, o
20 gruesos de aproximadamente 13 a 51 mm. de tamaño para faci-
litar la transferencia y la agitación, y después se someten
a un tratamiento con un agente de inflado del colágeno. Pue-
de usarse cualquiera de los agentes de inflado de colágeno
conocidos, pero se prefiere usar disoluciones diluídas de
25 ácido láctico, acético o clorhídrico. Los trozos de coláge-
no se tratan con agente de inflado durante un largo período
de tiempo, como por ejemplo 4 a 9 horas o más, y, en gene-
ral, hasta que el carácter del material de colágeno ha cam-
biado completamente de opaco a traslúcido. El material cola-
30 genosoinflado se lava después con agua para reducir la can-

1 tidad de ácido residual y, en general, hasta que el pH del
colágeno hinchado triturado esta comprendido entre 2,5 y
3,5 aproximadamente. El colágeno inflado se escurre después,
dejando unos trozos que generalmente se denominan "virutas
5 infladas con ácido".

Como se describe en la Patente de los EE.UU. nº
3.782.977, de Henderson y otros, las fibras no colagenosas
que tienen que incorporarse en la composición de colágeno
se transforman primero en una dispersión fibrosa acuosa y
10 viscosa que puede contener entre aproximadamente 2% y 10%
en peso de las fibras no colagenosas y entre aproximadamente
0,1% y 10% en peso de un agente regulador de la viscosidad,
que preferiblemente es soluble en agua o dispersable en
agua. Los agentes adecuados de control de la viscosidad in-
15 cluyen, por ejemplo, la metilcelulosa, gelatina, el almidón,
y particularmente una dispersión de partículas de colágeno
hinchadas. Las fibras no colagenosas que pueden emplearse
son cualesquiera de los aditivos fibrosos que no encogen y
que son esencialmente inertes conocidos como adecuados en
20 las composiciones de colágeno, como por ejemplo lana, algo-
dón, rayón, otras fibras celulósicas, fibras no celulósicas
tales como poliéster, poliamida y similares.

Los aditivos de antiadherencia, tal como se
han descrito aquí, que son adecuados para su uso en la pre-
25 sente invención, pueden incorporarse homogéneamente en la
dispersión acuoso de fibras. Aunque el aditivo de antiadhe-
rencia puede añadirse directamente a la dispersión de fibras,
se añade preferiblemente en forma de una dispersión o emul-
sión acuosa.

30 Las virutas hinchadas por ácido que han de

1 usarse en la preparación de las composiciones de colágeno
conformables, se trituran aún más preferiblemente, antes
de su mezclado con la dispersión acuosa de fibras. Las vi-
25 rutas hinchadas con ácidos pueden subdividirse parcialmente
por medios conocidos en la técnica, por ejemplo por una mol-
turación a tamaño grueso o una trituración, para preparar
una masa que contiene un predominio de pedacitos con dimen-
siones principales de aproximadamente 3,2 a 13 mm.

La dispersión viscosa de fibras, en la que
10 se incorpora el aditivo de antiadherencia, se mezcla vigo-
rosamente con las virutas de colágeno hinchadas por ácido
en una amasadora u otro equipo similar de mezcla adecuado,
con lo que los componentes fibroso y de aditivo de antiad-
herencia se distribuyen uniformemente en toda la masa de co-
15 lágeno en un tiempo relativamente corto, como por ejemplo
entre aproximadamente 2 y 10 minutos. Cerca del final de la
operación de mezclado, la masa de colágeno se hace mucho
más viscosa, lo que ayuda a evitar la separación de los di-
versos componentes durante su formación y su posterior tra-
20 tamiento.

La composición de colágeno que se prepara
comprende preferiblemente al menos aproximadamente 6% en pe-
so de sólidos de colágeno, y contiene incorporado uniforme-
mente alrededor de 5% a 30% en peso de fibras no colageno-
25 sas, con relación al peso total de sólidos. También lleva
incorporado uniformemente el aditivo de antiadherencia de
la invención, en una proporción de al menos aproximadamente
1% en peso, y preferiblemente de al menos aproximadamente
5% en peso hasta aproximadamente 20% en peso, del contenido
30 de sólidos de la composición de colágeno. Según la presente

1 invención, la cantidad de aditivo de antiadherencia neces-
ario para dar las características mejoradas deseadas de an-
tiadherencia es importante, y ha de usarse al menos el 1%
en peso de aditivo de antiadherencia con respecto a los só-
5 lidos totales de la composición de colágeno. Sin embargo,
la cantidad del aditivo de antiadherencia usada puede variar
en un intervalo relativamente amplio, y el límite superior
del mismo que puede usarse no es crítico, pudiendo ser sus-
tancialmente mayor que el requerido realmente. En general,
10 sin embargo, las cantidades de aditivo de antiadherencia ma-
yores de aproximadamente 30% en peso de los sólidos totales
en la composición de colágeno pueden perjudicar a algunas
de las propiedades físicas de las estructuras de colágeno
preparadas a partir de la misma, y por lo tanto deben evi-
15 tarse.

Es importante que durante la molturación y
el mezclado de las "virutas hinchadas por ácido", la tempe-
ratura de la masa de colágeno se mantenga baja, y, en gene-
ral, que la temperatura de la masa se mantenga por debajo
20 de alrededor de 25°C.

En realizaciones alternativas de la invención,
el aditivo de antiadherencia, preferiblemente en forma de
una dispersión o emulsión acuosa, puede añadirse directamen-
te a las virutas hinchadas por ácido trituradas, bien antes
25 del mezclado con la mezcla de dispersión fibrosa o durante
el mismo, o puede añadirse a una suspensión de colágeno hin-
chado preparada según cualquiera de los métodos conocidos
en la técnica.

La composición uniforme de alto contenido de
30 sólidos de colágeno así preparada es adecuada, sólo con un

1 tratamiento posterior limitado, para transformarse en es-
estructuras de colágeno conformadas o extruídas comercialmen-
te aceptables. Puede usarse un extrusor de husillo o aparato
similar para transferir la composición de colágeno al
5 equipo de homogenización usado en la preparación final de
la composición para extrusión.

La composición de colágeno se extruye para
formar un tubo continuo de colágeno, tubo que es lo bastan-
te resistente para mantenerse por sí mismo en una configura-
10 ción tubular con aire de inflado a baja presión, mientras
se está transportando y haciendo pasar por un secador pre-
vio. El tubo se aplasta después entre unos cilindros prensa-
dores, se neutraliza haciéndolo pasar por un depósito de in-
mersión que contiene hidróxido de amonio muy diluido, se la
15 va haciéndolo pasar por depósitos de agua, y después se
plastifica transportándolo a través de una disolución diluí-
da de glicerina. El tubo se vuelve a inflar fácilmente con
aire a baja presión, se transporta a través de un secador
manteniéndose al mismo tiempo la configuración tubular, y
20 después se frunce para formar un cartucho envolvente frunci-
do haciéndolo pasar por un aparato de fruncido.

El tubo de colágeno preparado según la inven-
ción se comporta satisfactoriamente en todas las diversas
operaciones de tratamiento, sin que se encuentre problema
25 alguno para volver a inflar el tubo por causa de la "adhe-
rencia" del material tubular de colágeno. Además, se ha en-
contrado que la envoltura tubular de colágeno preparada se-
gún la práctica de la invención, además de no tener sustan-
cialmente ningún problema de adherencia, se comporta satis-
30 factoriamente durante las operaciones de rolleno y muestra

1 mejor resistencia a las "grietas de fritura" durante su co-
cinado.

Las envolturas tubulares de colágeno para
alimentos de la presente invención que tienen incorporado
5 uniformemente el aditivo de antiadherencia aquí descrito,
en una cantidad de desde aproximadamente 0,6% a aproximada-
mente 19% en peso, y preferiblemente entre aproximadamente
3% y 13% en peso, con respecto a todos los componentes de
dicha envoltura, muestran características de antiadherencia
10 sustancialmente mejoradas, y, en general, tienen mejor com-
portamiento durante las operaciones de relleno y durante el
cocinado. Se prefieren especialmente las envolturas tubula-
res de colágeno para alimentos que llevan incorporado uni-
formemente de aproximadamente 3% a aproximadamente 19% en
15 peso de fibras no colagénicas, basado en el peso de todos
los componentes de dichas envolturas.

Los ejemplos siguientes se exponen como rea-
lizaciones ilustrativas de la presente invención, y en modo
alguno han de considerarse como limitativos de la invención.
20 Las partes y los tantos por ciento, si no se indica otra co-
sa, son en peso.

EJEMPLO I

25 500 kilogramos de recortes de piel de vaca
en calada se cortaron en piezas de aproximadamente 13 a 51
mm y se sometieron a un tratamiento adicional con cal intro-
duciéndolos en un depósito junto con 36 kg de cal y agua su-
ficiente para dar una proporción de agua a piel de 6 a 1.
30 El tratamiento con cal se continuó durante 92 horas con agi

1 tación intermitente, tras lo cual las virutas de piel enca-
ladas se lixiviaron con aproximadamente 53 litros/min de
agua durante 23 horas. Las virutas de piel se hincharon des-
pués durante 9 horas en una disolución de ácido clorhídrico
5 mantenida a un pH de 1 usando un caudal de ácido diluido de
38 litros/min. Al final del tratamiento de hinchamiento con
ácido, las virutas hinchadas se lavaron con agua a 114 li-
tros/min durante aproximadamente 1,2 horas, hasta que se al-
canzó un pH en el líquido de lavado de 2,6. Las virutas se
10 dejaron llegar al equilibrio durante unas 16 horas en la
disolución ácida débil, y después se dejaron escurrir y se
enfriaron a aproximadamente 12C.

Se preparó una dispersión de fibra de celu-
losa usando las proporciones de ingredientes siguientes:

15	Dispersión de colágeno extruída	120 kg
	Fibras de celulosa de madera	66 kg
	Agua	950 kg

Las fibras de celulosa de madera usadas te-
nían una longitud media de fibra de aproximadamente 1 mm.
20 Se separaron láminas de fibras en los trozos convenientes,
se empaparon en una parte del agua durante aproximadamente
60 minutos y después se mezclaron durante aproximadamente
dos minutos, se empaparon durante otros 30 minutos más, y
después se mezclaron durante aproximadamente dos minutos.
25 El resto de los ingredientes se añadió al mezclador, y la
mezcla se amasó durante aproximadamente 100 minutos. La sus-
pensión resultante de fibras de celulosa de madera era flú-
ida, altamente viscosa, exenta de aglomerados de fibra, y te-
nía un contenido de sólidos de colágeno de 1%, 5,6% de fi-
bras de celulosa de madera, y 93,4% de agua.
30

1 Se preparó una serie de composiciones de colágeno de 14 a 45 kg con un contenido total de sólidos de 11,3%, usando las siguientes proporciones de ingredientes:

"Virutas hinchadas por ácido" variable

5 Dispersión de celulosa de madera 1,7%

Aditivo de antiadherencia variable

Agua 88,7%

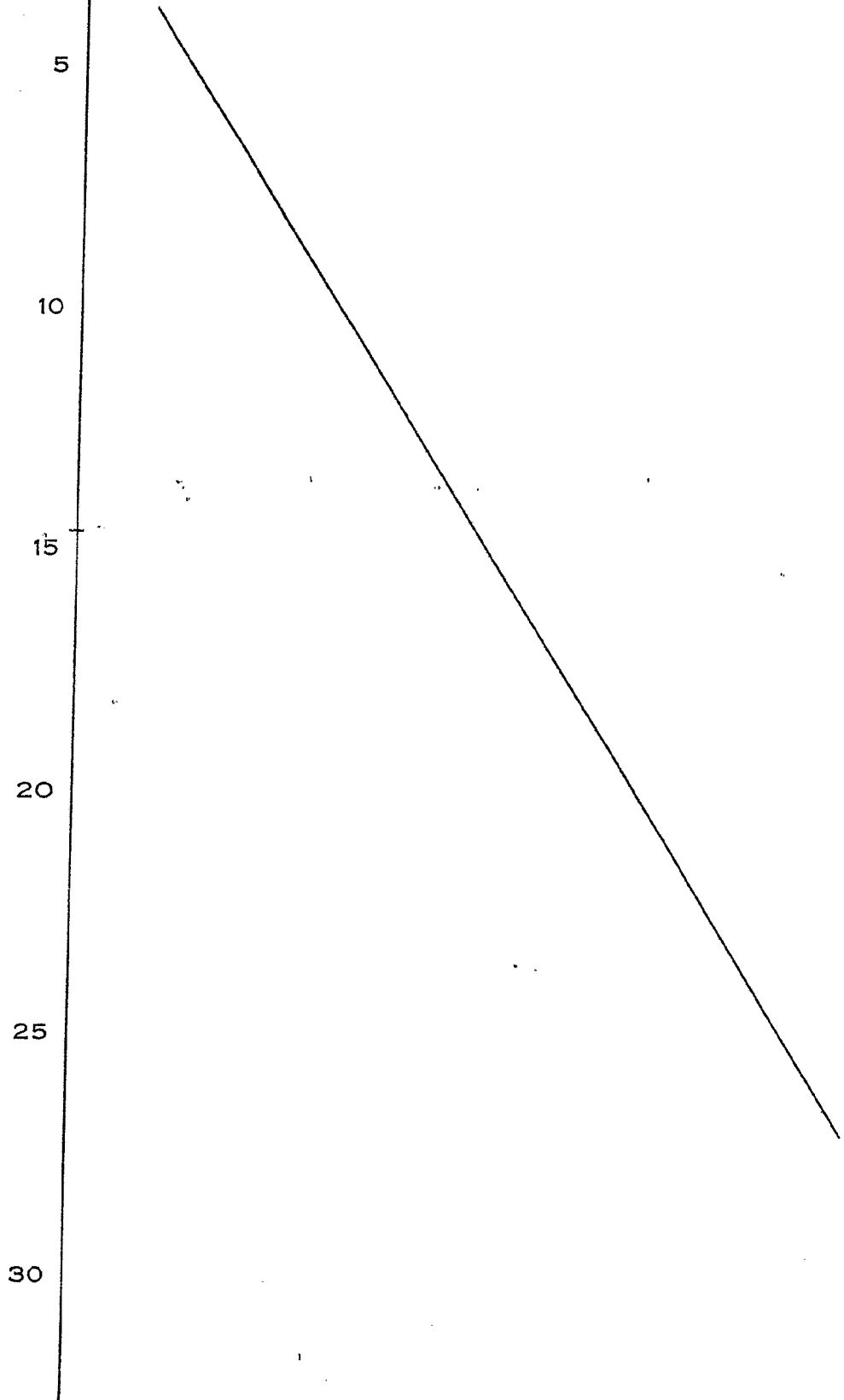
Las "virutas hinchadas por ácido" preparadas como se ha explicado anteriormente se trituraron en una picadora de carne a piezas de sustancialmente un tamaño de aproximadamente 3,2 a 13 mm, antes del mezclado con la dispersión viscosa de fibras de celulosa. La temperatura, durante la trituración de las virutas, se controló de modo que no pasara de aproximadamente 20°C.

15 El mezclado de las "virutas hinchadas por ácido", la dispersión de fibras de celulosa y el aditivo antiadherencia se realizó como se describe a continuación.

Los ingredientes se mezclaron en dos operaciones. En la primera operación, el aditivo de antiadherencia, el agua en forma líquida o solidificada, y una parte de las "virutas hinchadas por ácido" trituradas se añadieron a la dispersión de fibra de celulosa y después se mezclaron a fondo. En la segunda operación de mezclado, la mezcla se mezcló con el resto de las "virutas hinchadas por ácido" y se realizó el mezclado durante aproximadamente cinco minutos, momento en que la composición era homogénea y empezaba a adherirse al equipo de mezclado. La temperatura de los diversos materiales durante las dos operaciones de mezclado se controló de modo que no pasara de 20°C.

30 Las proporciones de ingredientes en las va-

1 rias composiciones de colágeno del Ejemplo se resumen en la
Tabla I siguiente:



TA DLA I

% DE SÓLIDOS DE LA COMPOSICIÓN

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
Composición de colágeno	85	84	75	84,5	84	80	55	84	80
Fibras de celulosa	15	15	15	15	15	15	15	15	15
Aditivo de antiadherencia									
MYVACET 7-00	-	1,0	10,0	-	-	-	-	-	-
MYVACET 9-40	-	-	-	0,1	1,0	5,0	30	-	-
MYVAPEX 25-07	-	-	-	-	-	-	-	1	5

**POOR
QUALITY**

1

5

10

15

20

25

30

TA B LA I

% DE SOLIDOS DE LA COMPO

	A	B	C	D	E	F
Composición de colágeno	85	84	75	84,9	84	80
Fibras de celulosa	15	15	15	15	15	15
Aditivo de antiadherencia						
MYVACET 7-00	-	1,0	10,0	-	-	-
MYVACET 9-40	-	-	-	0,1	1,0	5,0
MYVATLX 25-07	-	-	-	-	-	-

**POOR
QUALITY**

4
ANEXO I

DE LA COMPOSICION

	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>
	84	80	55	84	80
	15	15	15	15	15
	-	-	-	-	-
1	1,0	5,0	30	-	-
	-	-	-	1	5

1 MYVACET 7-00 es una marca de fábrica de un monoglicérido acetilado destilado, derivado de manteca de cerdo hidrogenada, de la Eastman Chemical Products, Inc.

5 MYVACET 9-40 es una marca de fábrica de un monoglicérido acetilado destilado, derivado del primer arrastre con vapor de la manteca de cerdo, propiedad de la Eastman Chemical Products, Inc.

10 MYVATEX 25-07 es una marca de fábrica de un monoglicérido destilado derivado de aceite vegetal hidrogenado, de Eastman Chemical Products, Inc.

MYVATEX 25-07 se vende en forma de una emulsión de aceite en agua de 25% de sólidos, y se añadió tal como se compró a la mezcla de dispersión de fibra-colágeno.

15 El MYVACET 7-00 se preparó en forma de una emulsión de aceite en agua con polisorbato 60 como agente emulsionante, antes de añadirlo a la mezcla de colágeno-dispersión de fibra. El MYVACET 9-40 se añadió a la mezcla de celulosa-dispersión de fibra sin emulsificación previa.

20 Después de preparar cada una de las diversas composiciones de colágeno, la composición se alimentó a través de un homogeneizador de cizalladura giratorio, por medio de un extrusor de husillo y una bomba. Para evitar la degradación del colágeno, el rotor y el estator del homogeneizador se enfriaron con un refrigerante mantenido a una temperatura de aproximadamente -52C.

25 Después de la homogeneización, la mezcla se bombeó a través de dos filtros paralelos con ranuras de 0,076 mm, para deshacer cualquier terrón de colágeno que quedase y separar cualquier materia no dispersa.

30 Las mezclas de colágeno filtradas se bombea-

1 ron y dosificaron a través de una boquilla de extrusión, pa
ra formar un tubo continuo de colágeno. Los tubos extruidos
se inflaron con aire de inflado a baja presión, transportán
dose al mismo tiempo sobre cilindros horizontales.

5 El tubo de colágeno inflado se secó y endure
ció parcialmente haciéndolo pasar a través de un secador
previo a 50°C, después se aplastó entre cilindros de pre
sión, se neutralizó por paso a través de un depósito de in
mersión que contenía hidróxido de amonio 0,06 N, se lavó
10 transportándolo a través de depósitos de agua, y después se
plastificó haciéndolo pasar a través de una disolución di
luída de glicerina.

Las muestras de tubo se volvieron a inflar
con aire a baja presión, se secaron en aire a 100°C, se hu
medecieron en un equilibrador a 70% de H.R., y después se
15 fruncieron haciéndolas pasar a través de un aparato de frun
cido.

Las muestras de tubo se inflaron de nuevo en
una cámara de succión como se describe en la patente de los
20 EE.UU. nº 3.019.442. La cámara de succión es una cámara re
lativamente hermética para el aire, a través de la cual se
hace pasar la masa de gel de colágeno tubular inmediatamen
te antes de entrar en el secador. En la cámara de succión
se mantiene una pequeña presión negativa, disminuyendo la
25 presión fuera del tubo. El aire bajo presión, que se intro
duce en la longitud continua de tubo en la máquina fruncido
ra, actúa, con la presión negativa en la cámara de succión,
inflando el tubo en la cámara de succión. La presión de ai
re requerida para volver a inflar el tubo aplanado se deter
30 mina por la suma de la presión negativa en la cámara de suc

1 ción más la presión de inflado en la máquina fruncidora. La
 presión de reinflado mínima es la presión mínima requerida
 para mantener el tubo de colágeno en estado inflado mientras
 avanza a través del secador, y después a través del aparato
 5 de fruncido de la máquina fruncidora. La presión mínima de
 reinflado se determinó en las condiciones de trabajo ajus-
 tando la presión negativa de la cámara de succión a un va-
 lor en el que el tubo de colágeno quedaba justamente en es-
 tado inflado. La suma de la presión de inflado en la máqui-
 10 na fruncidora y la presión negativa en la cámara de succión
 en estas condiciones era la presión de reinflado mínima.

En la Tabla 2 siguiente se da un resumen de
 los resultados determinados en el reinflado de las diversas
 15 muestras del Ejemplo.

15

TABLA 2

Composición de colágeno	Aditivo de antiadhe- rencia (% de sólidos)	Presión de reinflado	
		Presión (cm de agua)	Disminu- ción con relación al testigo
A (Testigo)	-	6,1	-
20 B	1	4,8	1,3
C	10	menos de 2,8	más de 3,3
D	0,1	6,1	0
E	1	5,6	0,5
F	5	5,1	1,0
25 G	30	4,3	1,8
H	1	3,3	2,8
I	5	menos de 1,5	más de 4,6

Como se muestra en la Tabla 2 todos los
 aditivos de antiadherencia, cuando se emplean en las propor-
 30 ciones de la presente invención, redujeron la presión míni-

1 ma de reinflado, en comparación con las composiciones de co
 lágeno que no contienen aditivo de antiadherencia.

5 EJEMPLO II

Usando el procedimiento del Ejemplo I, se pre
 pararon "virutas hinchadas con ácido" de colágeno tritura-
 do, a partir de 661 kilogramos de recortes de piel de vaca
 tratados con cal, que se sometieron a un tratamiento adicio
 10 nal con 46 kilogramos de cal. Se usó también el procedimien
 to del Ejemplo I para preparar una dispersión de fibras de
 celulosa, con la siguiente proporción de ingredientes:

	Virutas de colágeno hinchadas con ácido	
	trituradas	125 kg
15	Fibras de celulosa de madera	80 kg
	Agua	1138 kg

Usando el procedimiento descrito en el Ejem-
 plo I, se preparó una serie de composiciones de colágeno de
 aproximadamente 17 kilogramos cada una, que tenían las si-
 20 guientes proporciones de ingredientes, teniendo todas las
 composiciones un total de sólidos de 11,3%:

	Virutas hinchadas con ácido trituradas	variable
	Dispersión de celulosa de madera	1,7%
	Aditivo de antiadherencia	variable
25	Agua	88,7%

Los ingredientes de cada composición de co-
 lágeno del Ejemplo se resumen en la Tabla 3 que sigue:

TABLA 3

Muestra de colágeno	Colágeno (% de sólidos)	Fibras de celulosa (% de sólidos)	Aditivo antiadherencia	
			Tipo	% de sólidos
A (Testigo)	85	15	Ninguno	-
B	75	15	MYVACET 9-40	10
C	65	15	MYVACET 9-40	20
D	75	15	ATMUL 80	10
E	70	15	Manteca de cerdo	15
F	60	15	Manteca de cerdo	25

El MYVACET 9-40 es una marca de fábrica de un monoglicérido acetilado destilado, derivado del primer

arrastre con vapor de manteca de cerdo, de la Eastman Chemical Products, Inc.

El ATMUL 80 es una marca de fábrica de un éster parcial de ácido graso que es una mezcla de mono- y diglicérido con un mínimo de 40% de los monoglicéridos, que tiene un punto de fusión de alrededor de 46°C, de ICI America Inc.

El MYVACET 9-40 se añadió directamente a la dispersión de colágeno-fibra de celulosa sin emulsificación previa, y el ATMUL 80 y la manteca de cerdo se añadieron después de la fusión y un sobreenfriamiento.

Se prepararon muestras de tubo de colágeno a partir de cada una de las composiciones de colágeno del Ejemplo, usándose el procedimiento del Ejemplo I para medir la presión de reinflado para cada muestra del tubo de colágeno. Los resultados determinados para el reinflado de las

1 diversas muestras del Ejemplo se dan en la Tabla 4 siguiente.

TABLA 4

Composición de colágeno	Aditivo de antiadherencia		Presión mínima de reinflado (cm. de agua)	
	Tipo	% de sólidos	Medido	Disminución con respecto al testigo
A (Testigo)	Ninguno	-	9,14	-
B	NYVACET 9-40	10	6,6	6,54
10 C	MYVACET 9-40	20	5,84	3,3
D	ATMUL 80	10	4,52	4,82
E	Manteca de cerdo	15	7,37	1,77
F	Manteca de cerdo	25	5,6	3,54

REIVINDICACIONES

20 Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

25 1ª.- Un método de preparar una composición de colágeno conformable adecuada para uso en la preparación de una estructura de colágeno conformada, que muestra características mejoradas de antiadherencia, que comprende la

30

1 operación de incorporar uniformemente, en una composición
de colágeno conformable, un aditivo de antiadherencia se-
leccionado del grupo que consta de ésteres parciales de
5 ácidos grasos de un alcohol polivalente, que tienen al me-
nos un grupo hidróxido libre, ésteres parciales de ácidos
grasos acetilados de un alcohol polivalente que tienen al
menos un grupo hidroxilo libre, y sus mezclas, en una pro-
porción de al menos aproximadamente 1% en peso de dicho
aditivo basado en el contenido de sólidos de dicha composi-
10 ción de colágeno.

2a.- Un método según la reivindicación 1a,
en el que dicho aditivo de antiadherencia se incorpora en
dicha composición de colágeno en una cantidad de desde apro-
-ximadamente 5% a aproximadamente 20% en peso del contenido
15 de sólidos de dicha composición de colágeno.

3a.- Un método según la reivindicación 1a,
en el que dicha composición de colágeno conformable compren-
de al menos aproximadamente 6% del peso de sólidos de colá-
20 geno.

4a.- Un método según la reivindicación 1a,
en el que dicho aditivo de antiadherencia es un éster par-
cial de ácido graso de un alcohol polivalente, que tiene al
menos un grupo hidroxilo libre.

5a.- Un método según la reivindicación 1a,
25 en el que dicho aditivo de antiadherencia es un éster par-
cial de ácido graso acetilado de un alcohol polivalente que
tiene al menos un grupo hidroxilo libre.

6a.- Un método según la reivindicación 1a,
en el que el aditivo de antiadherencia se añade a una dis-
30 persión acuosa viscosa, preparada de fibras no colagenosas,

1 se prepara una masa de colágeno hinchada previamente y
finamente triturada, mezclando subsiguientemente una can-
tidad suficiente de dicha dispersión acuosa con dicha masa
de colágeno de modo que al menos se incorpora en dicha ma-
5 sa de colágeno aproximadamente el 1% en peso de dicho adi-
tivo de antiadherencia, basado en el contenido de sólidos
de dicha mezcla y, después, mezclar a fondo dicha mezcla
hasta hacerla uniforme.

7a.- Un método según la reivindicación 6a,
10 en el que dicho aditivo de antiadherencia se incorpora en
dicha composición de colágeno en una proporción de desde
aproximadamente 5% a aproximadamente 20% en peso del conte-
nido de sólidos de dicha composición de colágeno.

8a.- Un método según la reivindicación 6a,
15 en el que dicho aditivo de antiadherencia es un éster par-
cial de ácido graso de un alcohol polivalente, que tiene
al menos un grupo hidroxilo libre.

9a.- Un método según la reivindicación 6a,
20 en el que dicho aditivo de antiadherencia es un éster par-
cial de ácido graso acetilado de un alcohol polivalente,
que tiene al menos un grupo hidroxilo libre.

10a.- Un método según la reivindicación 6a,
en el que dicha composición de colágeno contiene al menos
aproximadamente 6% en peso de sólidos de colágeno.

25 11a.- "UN METODO DE PREPARAR UNA COMPOSICION
DE COLAGENO CONFORMABLE"

Tal y como se ha descrito en la Memoria que
antecede y para los fines que se han especificado.

