

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

|                       |                  |
|-----------------------|------------------|
| NUMERO                | 463.155          |
| FECHA DE PRESENTACION | 13-October-1.977 |

10 A1

ES 11 21 22

15918 10/78

|   |                      |                   |
|---|----------------------|-------------------|
| 30 PRIORIDADES:<br>31 NUMERO<br>732.482 | 32 FECHA<br>14-10-76 | 33 PAIS<br>E.U.A. |
|---|----------------------|-------------------|

|                        |  |                                      |
|------------------------|--|--------------------------------------|
| 47 FECHA DE PUBLICIDAD | 51 CLASIFICACION INTERNACIONAL<br>B65D | 62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA |
|------------------------|--|--------------------------------------|

54 TITULO DE LA INVENCION  
"UN METODO DE PREPARAR UNA COMPOSICION DE COLAGENO"

71 SOLICITANTE (S)  
UNION CARBIDE CORPORATION (PP-10809-SP)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE  
270 Park Avenue, Nueva York, Nueva York 10017, Estados Unidos de América

72 INVENTOR (ES)  
Thomas Engel Higgins.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE  
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-67.101)

MCS/.

POOR QUALITY

La presente invención se refiere a composiciones de colágeno mejoradas y más particularmente a composiciones de colágeno comestible especialmente útiles como envolturas o tripas alimenticias tubulares y al método de fabricar las mismas.

5

En la fabricación de envolturas alimenticias tubulares de materiales tales como el colágeno se han encontrado problemas debido a su naturaleza delicada, frágil, y adhesiva. Por ejemplo, en un método bien conocido para preparar un tramo continuo de material de colágeno tubular, el tubo de colágeno extruido es inflado con aire y secado parcialmente para impartirle un grado de resistencia que permita su ulterior procesamiento, luego se aplasta formando una tira de dos capas y se transporta a través de una serie de baños de tratamiento líquido. El aplastamiento del tubo sirve para prevenir la formación "en sogá" del material tubular y/o que quede aire atrapado mientras avanza a través de los baños de tratamiento líquido.

10

15

20

Luego es necesario volver a inflar el tubo aplastado que avanza desde los baños de tratamiento líquido en general para su tratamiento subsiguiente, tal como secado y apresto. Además, los productos de colágeno tubular tales como las envolturas alimenticias son en general subsiguientemente fruncidos y comprimidos para obtener tramos cortos de los mismos, denominados comunmente ristras de envolturas fruncidas. Si bien la operación de fruncido puede ser ejecutado inmediatamente después de la operación de secado y apresto, las envolturas aplanadas y secadas son con frecuencia almacenadas en carretes y luego alimen-

25

30

tadas separadamente a aparatos fruncidores.

Como es conocido por quienes son expertos en el arte, el volver a inflar los tubos a su configuración tubular es realizado típicamente inyectando una corriente de aire bajo presión dentro del tubo de colágeno. Cuando el volver a inflar un material tubular del codo y frágil, tal como el fabricado con colágeno, el uso de presiones de aire excesivas puede hacer estallar o debilitar seriamente la pared del tubo, o puede afectar perjudicialmente las características de alargamiento del mismo. Por consiguiente, se utiliza preferiblemente una presión interna relativamente baja para inflar y retener al colágeno tubular en una configuración tubular. Sin embargo, a causa de la tendencia del colágeno tubular a bloquearse las superficies de pared interna de los tubos aplanados se adhieren entre sí haciendo muy difícil volver a inflar al tubo sin daño para el mismo. Se revelan métodos y aparatos para superar este problema, por ejemplo, en la patente estadounidense Nº 3.619.442 a nombre de Henderson, pero la eliminación de las tendencias al bloqueo del tubo de colágeno evidentemente serían una mejora conveniente.

Hasta el momento se ha sugerido por ejemplo como lo revelan las patentes estadounidense Nº 2.114.220 a nombre de Freudenberg y otros, 3.446.633 a nombre de Talty, 3.551.535 a nombre de Cohly y otros y también indicado en la solicitud de patente estadounidense copendiente Acta Nº 266.837 presentado el 15 de marzo de 1976, que un número de materiales diferentes se pueden incorporar en las composiciones de colágeno durante su preparación o ser usado para tratar las estructuras de colágeno conform-

5 madas y el procesamiento de las mismas para mejorar o modificar las propiedades de los productos de colágeno conformados. Además en la patente estadounidense Nº 3.956.512 a nombre de Higgins, se revela que la incorporación de determinados ésteres parciales de ácidos grasos y ésteres parciales de ácidos grasos acetilados, en las composiciones de colágeno sirve para mejorar o eliminar las características del bloqueo de las estructuras de colágeno formadas. Sin embargo, serían convenientes medios adicionales para mejorar o eliminar las tendencias al bloqueo de los tubos de colágeno.

10 En la presente invención se provee un método para preparar composiciones de colágeno mejoradas que comprende incorporar uniformemente en una composición de colágeno formable un aditivo antibloqueo seleccionado entre el grupo que consiste en ésteres de ácidos grasos esterificados de alcoholes polihídricos, aceite mineral y mezclas de los mismos en una cantidad de por lo menos alrededor del 5% ponderal del contenido de sólidos de dicha composición de colágeno. Se ha descubierto que el uso de tales composiciones de colágeno mejoradas sorprendentemente e inesperadamente, da como resultado que las estructuras de colágeno formadas tales como por ejemplo, una envoltura de colágeno tubular tengan características antibloqueo mejoradas.

25 También se mejora de acuerdo con la presente invención una composición de colágeno homogénea y formable que comprende por lo menos alrededor del 5% ponderal del total de sólidos de la misma de un aditivo antibloqueo uniformemente dispersado en la misma, siendo seleccionado

dicho aditivo antibloqueo entre el grupo que consiste en ésteres de ácidos grasos totalmente esterificados de alcoholes polihídricos, aceite mineral y mezclas de los mismos. Preferiblemente las composiciones de colágeno de la presente invención comprenden por lo menos alrededor del 5 6% ponderal de sólidos de colágeno aproximadamente 5% a aproximadamente 30% ponderal del contenido de sólidos secos de dicha composición de fibras no colágenas. ....:

Con referencia a los términos "total de sólidos" "contenido de sólidos" y "contenido de sólidos secos" tal como se emplean en toda la presente memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas respecto a las composiciones de colágeno y las envolturas de acuerdo con la presente invención se desea que se refieran, y se debe entender que se refieran, al peso de todos los ingredientes de tales composiciones y envolturas incluyendo el agua y la glicerina.

Para obtener las composiciones de colágeno de acuerdo con la presente invención, se agrega el aditivo antibloqueo y se lo dispersa uniformemente en las composiciones de colágeno antes de formar a partir de las mismas las estructuras formadas deseadas, tales como envolturas alimenticias tubulares. El aditivo antibloqueo se puede agregar directamente a la composición de colágeno si está en forma líquida, o en la forma de una emulsión acuosa. De esta manera el aditivo antibloqueo es incorporado y uniformemente dispersado en la pared de la estructura de colágeno formada y ofrece características antibloqueo mejoradas para la misma durante toda la secuencia de procesamiento de la misma sin interferir con, o afectar perju-

dicialmente a la secuencia de procesamiento empleada.

Los tejidos de colágeno preparados por métodos bien conocidos en el arte a partir de una variedad de materias primas como, por ejemplo, serrajes de cuero de animales encalados y sin encalar se pueden usar en la preparación de las composiciones de colágeno de acuerdo con la presente invención.

Los aditivos antibloqueo que son apropiados para usar los de acuerdo con la presente invención son los ésteres de ácidos grasos totalmente esterificados de alcoholes polihídricos, aceite mineral y mezclas de los mismos.

La expresión "ácidos grasos" tal como se emplea en esta memoria es para definir un grupo de ácidos carboxílicos alifáticos que se presentan muy difundidamente en las grasas naturales, los aceites y las sustancias afines. Tales ácidos generalmente contienen de 8 a 22 átomos de carbono y pueden ser saturados o insaturados. Los alcoholes polihídricos usados para formar los ésteres son alcoholes que contienen por lo menos 3 átomos de carbono tales como dietilenglicol, propilenglicol, glicerina, sorbitol, manitol y lo similar.

Los ésteres de ácidos grasos apropiados que se pueden usar como aditivos antibloqueos en la presente invención son ésteres totalmente esterificados en los cuales uno o más ácidos grasos son esterificados con un alcohol polihídrico, tales como los triglicéridos encontrados en la grasa y aceites vegetales y animales. Son ejemplos de grasa de aceites vegetales y animales el aceite de ricino, el aceite de maíz, el aceite de semilla de algodón, el

aceite de poroto de soja, el aceite de cártamo y el tocino.

También es apropiado como aditivo antibloqueo el aceite mineral derivado del petróleo que debe ser de calidad comestible o aceptable para aplicaciones alimenticias.

En una modalidad preferida de la presente invención, el tejido que contiene colágeno como por ejemplo, serrajes de cuero de animal encalado, limpiados y preparados por métodos bien conocidos en el arte, son cortados en cubo o en picado grueso en trozos de aproximadamente 1,2 a 5 cm de tamaño para facilitar la transferencia y la agitación. Después de un tratamiento adicional con cal y subsiguiente lavado con agua, los trozos de cuero son sometidos a un tratamiento con un agente de abultamiento del colágeno. Se puede emplear cualquiera de los agentes de abultamiento de colágeno conocidos, pero se prefiere usar soluciones de ácido láctico o acético o clorhídrico diluísos. Los trozos de colágeno son tratados con el agente de abultamiento durante un período prolongado de tiempo, tal como por ejemplo de 4 a 9 horas o aún más, y, generalmente hasta que la naturaleza del material de colágeno haya cambiado completamente de opaca a translúcida. El material de colágeno abultado es entonces lavado con agua para reducir la cantidad de ácido residual y, generalmente, hasta que el pH del colágeno abultado triturado oscile entre aproximadamente 2,5 y 3,5. El colágeno abultado es entonces drenado, dejando trozos generalmente denominados "trozos abultados por ácidos".

Como se revela en la patente estadounidense Nº 3.782.977 a nombre de Henderson y otros, las fibras no co-

5 lágenas que se deben incorporar en la composición de colágeno se forman primero en una dispersión fibrosa acuosa que puede contener entre aproximadamente 2% y 10% ponderal de las fibras no colágenas y entre aproximadamente 0,1% a 10% ponderal de un agente de control de viscosidad que es preferiblemente soluble o dispersable en agua. Los agentes de control de la viscosidad apropiados incluyen, por ejemplo, la metilcelulosa, gelatina, almidón y particularmente una dispersión de partículas de colágeno abultadas. Las fibras no colágenas que se pueden emplear con cualquiera de los aditivos fibrosos no contraíbles y esencialmente inertes conocidos como apropiados en las composiciones de colágeno, tales como por ejemplo, fibras de madera, algodón, rayón y otras celulósicas, fibras no celulósicas tales como poliéster poliamida y lo similar.

10 Los trozos abultados con ácidos a ser usados en la preparación de la composición de colágeno formable son, preferiblemente triturados ulteriormente antes de mezclarlos con la dispersión fibrosa acuosa. Los trozos abultados con ácido pueden ser parcialmente subdivididos por medios conocidos en el arte, tales como por molido grueso o triturado para preparar una masa que contiene predominantemente trozos con dimensiones principales y aproximadamente 3,17 a 12,7 mm.

25 El agente antibloqueo de la presente invención, agua en estado líquido o hielo, y una porción de los trozos abultado por ácido molido son agregados y mezclados a fondo con la dispersión fibroso viscosa en un amasador u otro equipo mezclador similar, y luego el resto de los trozos molidos abultados por ácido son mezclados con los

30

mismos, por lo cual el agente antibloqueo y los componentes aditivos fibrosos son distribuidos uniformemente en toda la masa de colágeno en un tiempo relativamente corto, como por ejemplo entre aproximadamente 2 a 10 minutos.

5 Hacia el final del paso de mezclado, la masa de colágeno se convierte en mucho más viscosa, lo que ayuda para impedir la separación de los diversos componentes durante la formación y el procesamiento subsiguiente de los mismos.

10 Es importante que la masa de colágeno sea mantenida a baja temperatura durante el molido y mezclado de los "trozos abultados por ácido" y la temperatura de la masa es en general, mantenida por debajo de aproximadamente 25°C.

15 La composición de colágeno que se prepara tiene incorporado uniformemente en la misma al aditivo antibloqueo de acuerdo con la invención en cantidad de por lo menos aproximadamente 5% ponderal, y preferiblemente entre alrededor de 10% y alrededor de 25% ponderal, del contenido de sólidos en la composición de colágeno. De  
20 acuerdo con la presente invención, la cantidad de aditivo antibloqueo necesaria para impedir las características de antibloqueo mejoradas que se desean es importante, y por lo menos se debe usar el 5% ponderal de aditivo antibloqueo sobre la base del total de sólidos de la composición de colágeno. Sin embargo, la cantidad de aditivo  
25 antibloqueo usada puede variar dentro de un margen relativamente amplio, y el límite superior del mismo que se puede usar no es por lo general crítico y puede ser sustancialmente en exceso del que se requiere realmente.  
30 En general, sin embargo, se deben evitar cantidades de

aditivos antibloqueo superiores a aproximadamente 30% ponderal del total de sólidos en la composición de colágeno porque pueden afectar perjudicialmente a algunas propiedades físicas de las estructuras de colágeno preparadas a partir de las mismas. Preferiblemente la composición de colágeno que es preparada comprende por lo menos alrededor del 6% ponderal de sólidos de colágeno y tiene incorporados en la misma entre aproximadamente 5% y 30% ponderal de fibras no colágenas sobre la base del peso total de sólidos.

En modalidades de realización alternativas de la invención el aditivo antibloqueo se puede agregar a la mezcla de dispersión fibrosa antes de mezclar al mismo con los trozos abultados por ácido molido o se puede agregar a una suspensión de colágeno con bajo contenido de sólidos abultada preparada de acuerdo con cualquiera de los métodos conocidos en el arte antes o después de agregar otros ingredientes a la misma.

La composición uniforme con contenido de sólidos de colágeno preferiblemente alto así preparada es apropiada con solamente un limitado procesamiento ulterior, para formarse en estructuras de colágeno formados o extruídas comercialmente aceptables. Un extruidor de tornillo o dispositivo similar se puede usar para transferir la composición de colágeno al equipo de homogeneización usado en la preparación final de la composición para extrusión.

Los ejemplos de un método preferido para preparar una estructura de colágeno tubular como por ejemplo una envoltura alimenticia tubular, el bombeo y la dosificación de una composición de colágeno de acuerdo con la

5 invención a través de una boquilla de extrusión para formar un tubo continuo de colágeno, tubo que es suficientemente resistente para autoportarse en una configuración tubular con aire de inflado a baja presión mientras que es transportado a, y a través de, un presecador. El tubo de colágeno parcialmente seco es entonces hundido entre rodillos de apriete, neutralizado haciéndolo pasar a través de un tanque de inmersión que contiene hidróxido de amonio muy diluido, lavado haciéndolo pasar a través de tanques de agua y luego plastificado al ser transportado a través de una solución de glicerina diluido. El tubo es entonces vuelto a inflar fácilmente con aire a baja presión transportado a través de un secador mientras se mantiene la configuración tubular, y luego si se desea, fruncido en ristras de envoltura fruncida haciéndolo pasar a través de un aparato fruncidor.

10 El tubo de colágeno preparado a partir de composiciones de colágeno de acuerdo con la invención en la manera descrita en la presente memoria se comporta satisfactoriamente en cada uno de los diversos pasos de procesamiento sin encontrar problema en el reinflado del tubo debido a "bloqueo" del material de colágeno tubular. Además se ha comprobado que las envolturas de colágeno tubular preparadas de acuerdo con la práctica de la presente invención además de no exhibir sustancialmente ningún problema de bloqueo se comportan satisfactoriamente durante las operaciones de embutido y formación de eslabones y durante la cocción.

25 La envoltura alimenticia de colágeno tubular de acuerdo con la presente invención que tiene el aditivo an-

5                   tibloqueo descrito en la presente memoria incorporado uniformemente en la misma en una cantidad de aproximadamente 3% a aproximadamente 19% ponderal y preferiblemente entre aproximadamente 6% y 15% ponderal, de todos los componentes incluso agua y glicerina de dicha envoltura, exhiben sustancialmente mejoradas características anti-bloqueo y, en general exhiben un comportamiento satisfactorio durante las operaciones de embutido y cocción. Son, especialmente preferidas las envolturas alimenticias de colágeno tubulares que tienen incorporados uniformemente en las mismas entre aproximadamente 10% y aproximadamente 19% ponderal de fibras no colágenas basadas en el peso de todos los componentes incluso agua y glicerina de dichas envolturas.

10                   Los siguientes ejemplos se establecen como modalidades de realización ilustrativas de la presente invención y no se propone con ello de manera alguna indicar los límites de la invención. Las partes y porcentajes, a menos que se indique de otro modo, son ponderales.

20                   EJEMPLO 1

25                   Se picaron 660 kg de serrajes de cuero de vacuno encalados en trozos de aproximadamente 12 a 50 mm y se sometieron a un tratamiento adicional de encalado cargando en un tanque junto con 46,2 kg de cal y suficiente agua para dar una relación de agua a cuero de 4,5 a 1. El tratamiento con cal continuó durante 92 horas con agitación intermitente después de lo cual los trozos de cuero encalado fueron lavados con aproximadamente 53 litros por minuto de agua durante 23 horas. Los trozos de cuero fue-

ron entonces abultados durante 9 horas en una solución de ácido clorhídrico mantenida a un pH de 1 usando un caudal de ácido diluido de 37,8 litros por minuto. Al final del tratamiento de abultamiento con ácido, los trozos abultados fueron lavados con agua a 113,5 litros por minuto durante alrededor de 1,2 horas hasta que se llegó a un pH de 2,6 en el agua de lavado. Los trozos se dejaron equilibrar durante aproximadamente 16 horas en la solución de ácido débil, y luego se drenaron y enfriaron hasta aproximadamente 1°C.

Se preparó una dispersión de fibra celulósica usando la siguiente proporción de ingredientes:

|    |                                       |         |
|----|---------------------------------------|---------|
| 15 | Trozos abultados con<br>ácido molidos | 124 kg  |
|    | Fibras de celulosa de<br>madera       | 80 kg   |
|    | Agua                                  | 1137 kg |

20 Las fibras de celulosa de madera usadas tenían una longitud promedio de las fibras de aproximadamente 0,01 mm. Las láminas de fibras fueron separadas en trozos convenientes se remojaron en una porción del agua durante alrededor de 60 minutos y luego se mezclaron durante alrededor de dos minutos, se remojaron durante 30 minutos adicionales, y luego se mezclaron durante dos minutos. Se agregó el resto de los ingredientes y la mezcla fue trabajada durante aproximadamente 100 minutos. La suspensión de fibra celulósica de madera resultante fue suave, altamente viscosa, libre de grumos de fibras y tenía una com-

posición de 1% de sólidos de colágeno 5,6% de fibras de celulosa de madera y 93,4% de agua.

5 Una serie de composiciones de colágeno de alrededor de 16,7 kg con un total de sólidos del 11,3% fue preparada con las siguientes proporciones de ingredientes:

|    | Composición de colágeno | % de sólidos en la composición |                   |        |
|----|-------------------------|--------------------------------|-------------------|--------|
|    |                         | Colágeno                       | Fibra de celulosa | Tocino |
|    | A                       | 85                             | 15                | 0      |
| 10 | B                       | 70                             | 15                | 15     |
|    | C                       | 60                             | 15                | 25     |

15 Se molieron "trozos abultados con ácido" preparados según lo descrito precedentemente en una picadora de carne en piezas sustancialmente entre alrededor de 3,17 a 12,7 milímetros de tamaño antes de mezclar con la dispersión de fibra celulósica viscosa. La temperatura durante el molido de los trozos fue controlada para que no superara los 20°C aproximadamente. El tocino era una grasa de triglicéridos blanda, blanca, semisólida extraída de la grasa corporal de porcinos.

20 La mezcla de la dispersión de fibra de celulosa y los "trozos abultados con ácido" y el aditivo antibloqueo fue realizada según se describe a continuación.

25 Los ingredientes fueron mezclados en dos pasos. En el primer paso, el tocino, el agua y una porción de los "trozos abultados por ácido" molidos, fueron agregados a la dispersión de fibra celulósica y luego mezclados completamente en el segundo paso de mezclado, la mezcla fue trabajada con el resto de los "trozos abultados por ácido"

molidos y mezclada durante alrededor de cinco minutos momento en el cual la composición resultó homogénea y comenzó a adherirse al equipo de mezclado. La temperatura de los diversos materiales durante los dos pasos de mezclado fue controlada de manera que no superara los 20°C.

Después de preparar cada una de las composiciones de colágeno, la composición fue alimentada por un homogeneizador de esfuerzo cortante rotativo por medio de un extruidor de tornillo y bomba. Para impedir la degradación del colágeno, el rotor y el estator del homogeneizador fueron enfriados con un refrigerante mantenidos una temperatura de alrededor de -5°C.

Después de la homogeneización, la mezcla fue bombeada por dos filtros paralelos con ranuras de 0,0762 mm para romper los grupos de colágeno que pudieran haber quedado y remover toda materia no dispersada.

Cada una de las mezclas de colágeno filtrado fue luego bombeada y dosificada por una boquilla de extrusión para formar un tubo continuo de colágeno. El tubo extruido fue inflado con aire de inflación a baja presión mientras era transportado sobre rodillos horizontales, y parcialmente secado y endurecido habiéndolo pasar por un presecador a 50°C. El tubo inflado fue entonces hundido entre rodillos de apriete, neutralizado haciéndolo pasar por un tanque de inmersión que contenía hidróxido de amonio 0,06N, lavado transportándolo a través de tanques de agua y plastificado por transportarlo a través de una solución de glicerina diluida. La "resistencia de gel" de las muestras de tubo plastificado y aplanado fue medido usando un "Scott Tensile Tester", fabricado por Scott

Testers, Inc., Providence, Rhode Island, Estados Unidos. La "resistencia de gel" es la fuerza en libras (0,453 kg) necesaria para romper el tubo aplanado cuando es estirado en dirección del aparato.

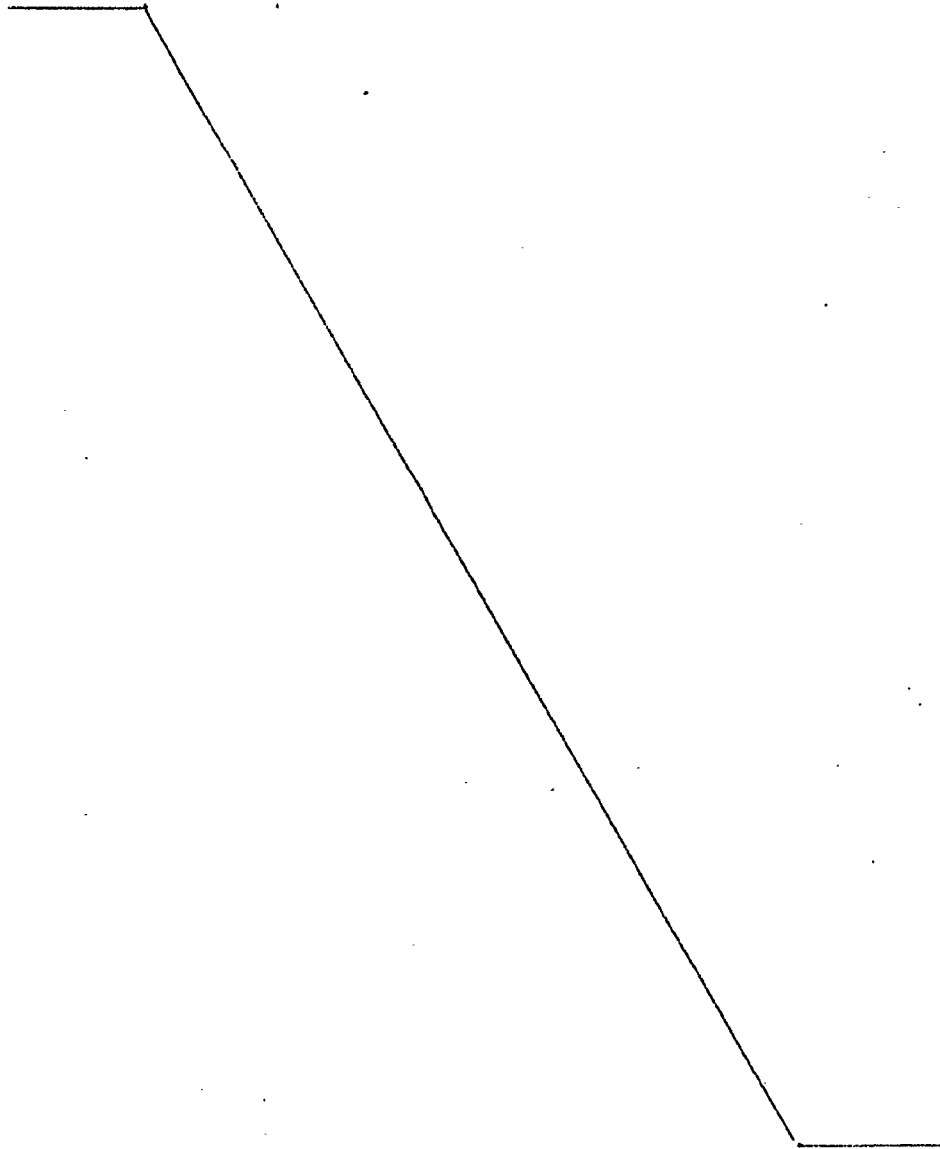
5 La muestra de tubo fue entonces reinflada con aire a baja presión, secada en aire a 100°C, humedecida en un ecualizador a humedad relativa del 70%, y fruncida haciéndola pasar por un aparato fruncidor.

10 Las muestras de tubo fueron reinfladas en una caja de succión según lo descrito en la patente estadounidense Nº 3.619.442. La caja de succión es una cámara relativamente hermética a través de la cual pasa el material de gel de colágeno tubular inmediatamente antes de entrar al secador. En la caja de succión se mantiene una ligera  
15 presión negativa, disminuyendo la presión fuera del tubo. El aire bajo presión introducido en el aparato de fruncir dentro del tramo continuo de tubo, actúa, con la presión negativa dentro de la caja de succión, para inflar el tubo en la caja de succión. La presión de aire necesaria para  
20 reinflar el tubo aplanado es determinada como la suma de la presión negativa de la caja de succión y la presión de inflado del aparato de fruncir. La presión de reinflado mínima es la presión mínima necesaria para mantener al tubo de colágeno en estado inflado mientras que avanza  
25 a través del secador y luego a través del aparato de fruncir. La presión de reinflado mínima fue determinada bajo condiciones operativas ajustando la presión negativa de la caja de succión al punto en que el tubo de colágeno apenas permanecía en estado inflado. La suma de la presión de inflado en el aparato de fruncir y la presión  
30

negativa de la caja de succión bajo estas condiciones fue la presión de reinflado mínima.

Un resumen de la resistencia del gel y los resultados determinados en el reinflado de las muestras diversas del ejemplo se indican en la tabla I a continuación.

5



07088

TABLA I

| <u>Composición</u><br>de colágeno | <u>Contenido de tocino</u>                  |                            | <u>Presión de reinflado</u>              |  | <u>Resistencia</u><br>de gel<br>(kg) |
|-----------------------------------|---|----------------------------|--|--|--------------------------------------|
|                                   | % de so-<br>lidos en<br>la compo-<br>sición | % ponderal<br>de envoltura | (pulgadas de agua)<br>Según lo<br>medido | Disminu-<br>ción res-<br>pecto al<br>testigo |                                      |
| A (testigo)                       | 0   | 0                          | 3,6                                      | 0  | 2,35                                 |
| B                                 | 15  | 9                          | 2,9                                      | 0,7  | 1,67                                 |
| C                                 | 25  | 15                         | 2,2                                      | 1,4  | 1,13                                 |

5 Como se ilustra en la tabla 1, el tocino, cuando se empleó en las proporciones de acuerdo con la presente invención redujó al mínimo la presión de reinflado necesaria para el tubo de colágeno en comparación con el tubo que no contenía aditivo antibloqueo de tocino. La "resistencia de gel" del tubo de colágeno con un contenido de tocino del 15% fue suficientemente grande como para permitir el procesamiento del mismo pero cualquier reducción adicional de la "resistencia del gel" sería generalmente insatisfactoria.

10

#### EJEMPLO 2

Usando el procedimiento del Ej. 1, se preparan los trozos de colágeno abultados por ácido y molido a partir de 703 kg de serrajes de cuero vacuno encalado sometido a un tratamiento adicional con cal con 50 kg de cal.

15

El procedimiento del Ej. 1 también es usado en la preparación de una dispersión de fibra celulósica con la siguiente proporción de ingredientes:

20

|  |         |
|--|---------|
| Trozos de colágeno abultados por ácido molidos | 79,3 kg |
| Fibras de celulosa de madera                   | 68,9 kg |
| Agua   | 1007 kg |

25

Se preparan cuatro composiciones de colágeno con la proporción de ingredientes resumida en la Tabla 2, a continuación, para dar un contenido total de sólidos del 11,1%. El procedimiento de mezcla difiere del Ej. 1 en cuanto a que se mezcla aceite mineral con la dispersión de

30

fibra celulósica y luego se mezcla adicionalmente con los trozos abultados por ácido molidos y agua.

5

TABLA II

|    | Composi-<br>ción de<br>colágeno | Peso<br>total<br>(kg) | Colágeno | Celulosa | % de sólidos<br>Aceite Mineral |
|----|---------------------------------|-----------------------|----------|----------|--------------------------------|
| 10 | A testigos                      | 78                    | 85       | 15       | 0                              |
|    | B                               | 63                    | 70       | 15       | 15                             |
|    | C testigo                       | 35                    | 85       | 15       | 0                              |
|    | D                               | 27                    | 80       | 15       | 5                              |

15

El aceite mineral usado en este Ej. es un aceite mineral de calidad comestible derivado del petróleo.

Se preparan muestras de tubo de colágeno a partir de cada una de las composiciones de colágeno del ejemplo usando el procedimiento del Ej. 1. La "resistencia del gel" del tubo y la presión de reinflado para cada una de las muestras de tubo son molidas según lo descrito en el Ej. 1 y se informan en la Tabla 3.

20

25

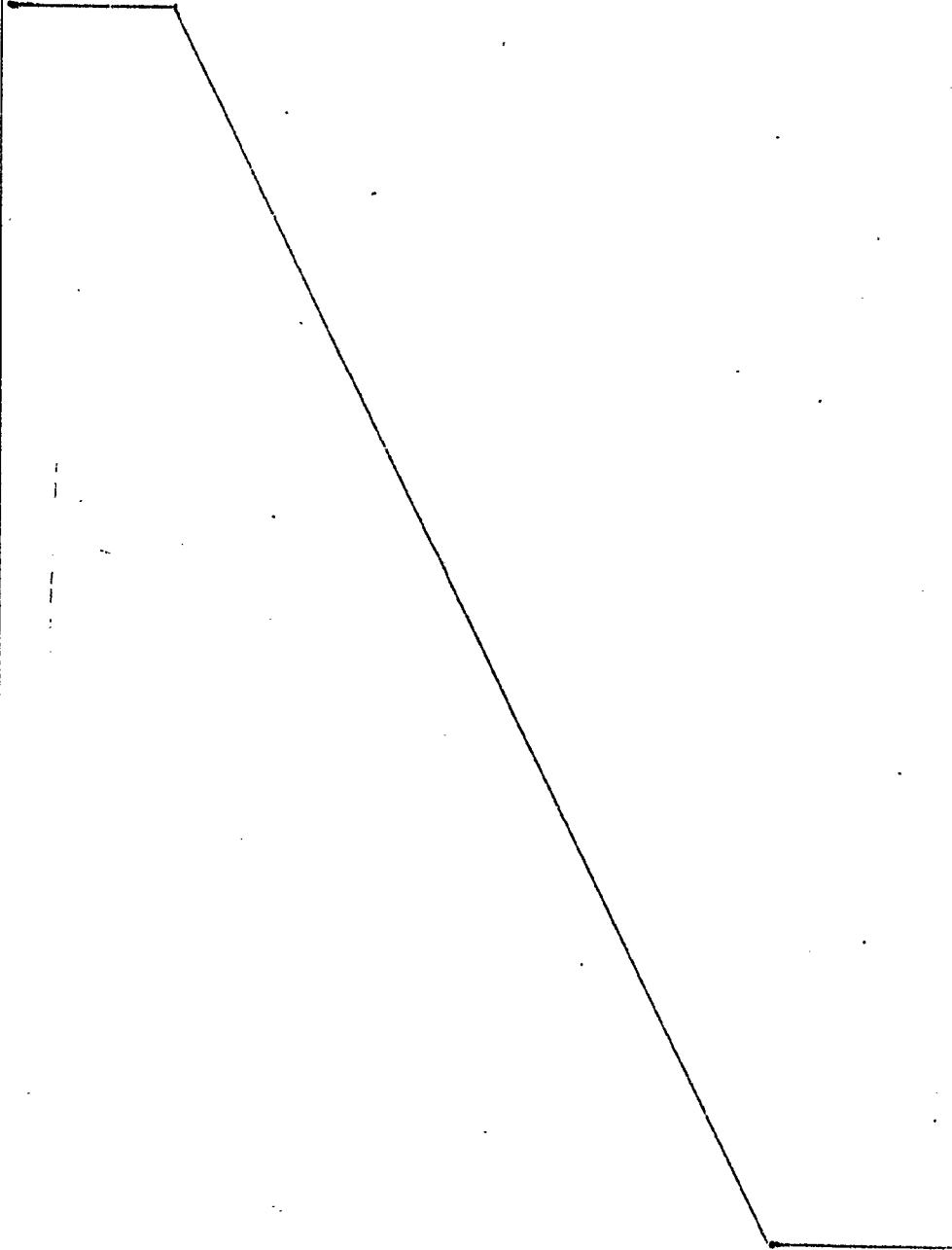
Como se ilustra en la tabla 3, la incorporación de aceite mineral da un tubo de colágeno que requiere una presión de reinflado reducida mínima. La resistencia de gel de este tipo de tubo es suficientemente grande como para permitir el procesamiento del mismo.

EJEMPLO 3

30

Usando el procedimiento del Ej. 1 se preparan

trozos abultados por ácido molidos a partir de 469 kg de serrajes de cuero vacuno encaledo sometidos a un tratamiento adicional con 32,6 kg de cal y se usan para preparar la Composición de colágeno "A" de este ejemplo.



08088

TABLA III

| Composición de colágeno | Aceite Mineral                 |                           | Según lo medido | Presión de reinflado mínima (pulgadas de agua) |                         |
|-------------------------|--------------------------------|---------------------------|-----------------|--|-------------------------|
|                         | % de sólidos de la composición | % de peso de la envoltura |                 | Disminución respecto al testigo                | Resistencia de gel (kg) |
| A                       | 0                              | 0                         | 2,5             | -  | 1,54                    |
| B                       | 15                             | 9                         | 2,0             | 0,5  | 1,49                    |
| C                       | 0                              | 0                         | 2,7             | -  | 1,45                    |
| D                       | 5                              | 3                         | 2,5             | 0,2  | 1,58                    |

5 También con el uso del procedimiento del Ej. 1 se preparan trozos abultados con ácido molidos a partir de 700 kg de serrajes de cuero vacuno encalados sometidos a un tratamiento adicional con 48,4 kg de cal y usados para preparar la composición de colágeno "B" del presente Ej.

10 El procedimiento del Ej. 1, es usado para preparar una dispersión de fibra celulósica con la siguiente proporción de ingredientes:

|                                 |         |
|---------------------------------|---------|
| Dispersión de colágeno extruida | 90 kg   |
| Fibras de celulosa de madera    | 49,4 kg |
| Agua                            | 740 kg  |

15 La composición de colágeno "A" con un contenido de sólidos del 11,1% sin agregado de aditivo antibloqueo de aceite de semilla de algodón es preparada según el procedimiento del Ej. 1.

20 La composición de colágeno "B" conteniendo aditivo antibloqueo de aceite de semilla de algodón es preparada usando un procedimiento de mezclado en tres pasos. En el primer paso, el aceite de semilla de algodón, agua y una porción de los trozos abultados por ácido molidos son mezclados completamente. En el segundo paso, la dispersión de fibra celulósica es agregada y mezclada completamente. En el tercer paso, el resto de los trozos abultados por ácido molidos son agregados y mezclados hasta que la composición queda homogénea.

30 La proporción de componentes de las composiciones de colágeno de este Ej. es la siguiente:

|   | Composi-<br>ción de<br>colágeno | Peso<br>total<br>(kg) | % de sólidos de la<br>Composición<br>Colágeno | Celulosa | Aceite de<br>algodón |
|---|---------------------------------|-----------------------|---|----------|----------------------|
|   | A (testigo)                     | 139                   | 85  | 15       | 0                    |
| 5 | B                               | 43                    | 70  | 15       | 15                   |

El aceite de semilla de algodón refinado usado en este ejemplo es un aceite de calidad comestible de triglicéridos amarillo claro extruído de semillas de algodón.

10

Las muestras de tubo de colágeno se preparan a partir de las composiciones de colágeno de este ejemplo usando el procedimiento descrito en el Ej. 1. El procedimiento descrito en el Ej. 1 es usado para determinar la resistencia de gel del tubo y para medir la presión de reinflado para cada una de las muestras de tubo de colágeno. Los resultados determinados para la resistencia del gel del tubo y para el reinflado de las muestras de tubo del Ej. se informan en la Tabla 4.

15

07088

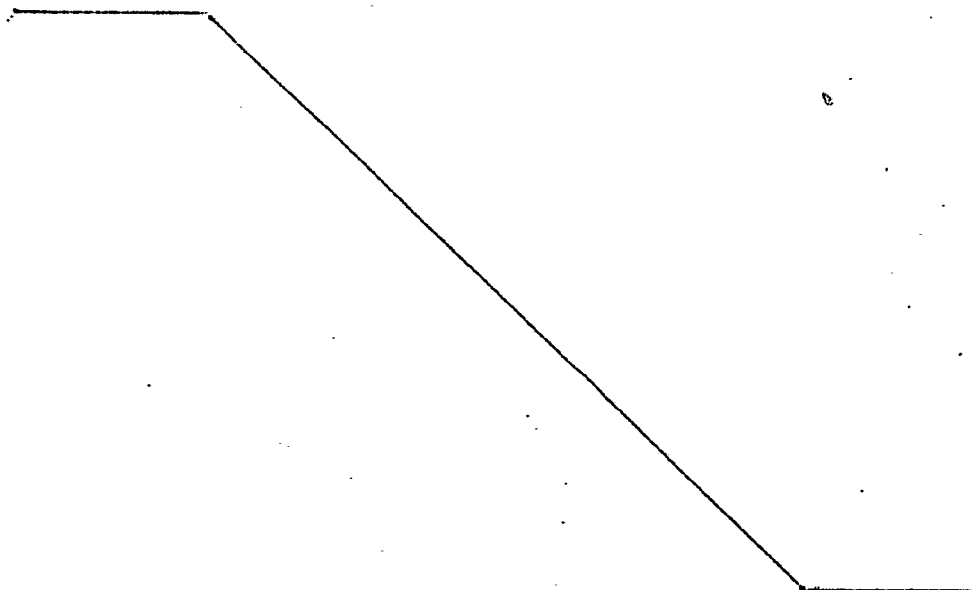


TABLA IV

| <u>Composición de colágeno</u> | <u>Aceite de semilla de algodón</u>   |                                   | <u>Presión de reinflado mínima (pulgadas de agua)</u> |                                |
|--------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------------|---|--------------------------------|
|                                | <u>% de sólidos de la composición</u> | <u>% del peso de la envoltura</u> | <u>Según lo medido</u>                                | <u>Resistencia de gel (kg)</u> |
| A (testigo)                    | 0                                     | 0                                 | 2,6   | 1,40                           |
| B                              | 15                                    | 9                                 | 2,3   | 1,36                           |

Disminución respecto al testigo

-                      0,3

## REIVINDICACIONES

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:

5

10

15

1ª.- Un método de preparar una composición de colágeno formable apropiada para usar en la preparación de estructuras de colágeno formadas que exhiben características antibloqueo mejoradas, caracterizado por incluir el paso de incorporar uniformemente en una composición de colágeno formable un aditivo antibloqueo seleccionado entre el grupo que consiste en ésteres de ácidos grasos totalmente esterificados de alcoholes polihídricos, aceite mineral y mezclas de los mismos, en una cantidad de por lo menos alrededor del 5% ponderal de dicho aditivo sobre la base del contenido de sólidos de dicha composición de colágeno.

20

2ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho aditivo antibloqueo es incorporado en dicha composición de colágeno en una cantidad de aproximadamente 10% a aproximadamente 25% ponderal del contenido de sólido de dicha composición de colágeno.

25

3ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicha composición de colágeno formable comprende por lo menos alrededor del 6% ponderal de sólido de colágeno.

30

4ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho aditivo antibloqueo es un éster de ácido graso totalmente esterificado de un

alcohol polihídrico.

5a.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho aditivo antibloqueo es aceite mineral.

5

6a.- Un método de preparar una composición de colágeno.

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

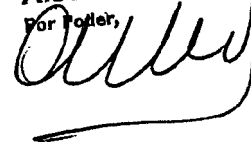
10

Esta Memoria consta de veintiseis hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 16. AGO. 1978

P.A.

Alberto de Elizaburu  
Por Poder,



07088/GM.