

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

20012.1578

Concedida el Registro de patentes
con los requisitos que figuran en la pre-
sente descripción y según el con-
tenido de la memoria adjunta.

(11) NÚMERO	467152	(10) AI
(21)		
(22) FECHA DE PRESENTACION	21-2-78	

(Case O.Z. 842/31)

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (31) NÚMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
2165/77	22 Febrero 1.977	Suiza

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	A23J	

(54) TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE MICROGRANULADOS CONTENIENDO METIONINA"

(71) SOLICITANTE (S)

SOCIETE DES PRODUITS NESTLE, S.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

VEVEY (Suiza)

(72) INVENTOR (ES)

Josef RHACEK - Jaroslav DASEK

(73) TITULAR (ES)

SOCIETE DES PRODUITS NESTLE, S.A.

(74) REPRESENTANTE

D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial.

POOR
QUALITY

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere al sector de la aportación de suplementos de aminoácidos a los alimentos. Se refiere particularmente a microgranulados conteniendo metionina y a su procedimiento de fabricación.

5.

La mayor parte de proteínas vegetales tienen una composición de aminoácidos que no corresponde a la composición nutritiva ideal para la alimentación de seres humanos o animales. Efectivamente, las proteínas vegetales

10.

presentan generalmente un déficit en uno u otro de los aminoácidos esenciales. Las proteínas de leguminosas, por ejemplo, así como las proteínas de levadura no contienen suficiente metionina, y el déficit de este aminoácido impone un límite a la aportación nutritiva de estos alimentos, ya que cuando es consumida la metionina,

15.

los otros aminoácidos suministrados por la proteína no tienen ya ninguna utilidad para el crecimiento del organismo, constituyendo entonces la metionina el factor limitativo del alimento.

20.

Sobre este particular se ha comprobado que la adición de una pequeña cantidad del aminoácido límite en el alimento permitía aumentar considerablemente su valor nutritivo. Resulta pues útil aumentar el valor nutritivo de los alimentos a base de proteínas vegetales,

25.

particularmente de leguminosas tales como las proteínas de soja, pero igualmente las proteínas de levadura, las proteínas de granos, etc. por la aportación de un suplemento de metionina, lo que permite compensar su desequilibrio en aminoácidos esenciales.

- Sin embargo, esta aportación de suplemento presenta dificultades. La metionina es soluble en el agua. Pero los alimentos son generalmente tratados con agua, frecuentemente con agua caliente y una gran parte de la metionina añadida es entonces perdida. Además, la metionina tiene un sabor particularmente desagradable, lo que la hace inadecuada para el consumo, incluso si está presente en muy pequeña cantidad. En el momento de un tratamiento térmico, se desprende un olor nauseabundo. Además, la metionina presenta una gran reactividad química.

- Han sido realizados intentos para proteger la metionina contra la alteración, para enmascarar su sabor y disminuir su solubilidad. Un primer método, descrito en la patente de los Estados Unidos N° 3.804.776, consiste en encapsular el aminoácido, entre otros la metionina, en un aceite o en una grasa vegetal o animal, por dispersión de éste en el aceite o en la grasa fundida y por pulverización de esta dispersión en un medio acuoso enfriado, lo que permite obtener bolas de grasa sólida conteniendo aminoácidos. Este procedimiento conduce a un producto que presenta ciertos inconvenientes. En el mismo, la metionina no está nunca totalmente protegida: en particular, la grasa se funde en el curso de un tratamiento térmico, por ejemplo, en el curso de una cocción en agua caliente, dejando libre la metionina.

En el caso de que las cápsulas lleguen intactas en el aparato digestivo, la grasa es consumida rápidamente y la metionina es liberada más rápidamente que los otros

- aminoácidos que forman las proteínas del alimento, lo cual puede conducir a un desequilibrio de asimilación en el curso de la digestión. Además, se plantean problemas de almacenamiento, ya que el peso específico de las bolas no corresponde en absoluto al de las proteínas que se desea complementar, sedimentándose éstas con el tiempo, en tanto que las bolas de grasa suben a la superficie. Igualmente, aparecen dificultades para la conservación, debidas a la misma naturaleza del material de revestimiento, tales como el enranciamiento.
- 5.
- 10.

Por todas estas razones, la utilización de estos productos ha quedado limitada a la aportación de suplementos a los alimentos para el ganado y no ha sido nunca aplicada a la alimentación humana.

- 15.
- Otro método viene descrito en la solicitud de patente japonesa Nº 20.932/70. Consiste en proteger el aminoácido hidrosoluble mezclándolo con una proteína de alto peso molecular tal como la albúmina, la caseína o la gelatina, preferentemente desnaturalizada, en una solución acuosa, en coagular la mezcla obtenida y a reducirla en forma de granulados. Dejando aparte el hecho de que una parte del aminoácido presente en la masa coagulada se pierde durante la división de la misma, este método no permite obtener partículas finas. Además, si puede ser aplicado a la protección de la lisina, no conviene para encapsular la metionina. En efecto, la metionina no es lo suficientemente soluble para poder ser puesta en solución acuosa en una solución de albúmina. Finalmente, las cualidades organolépticas
- 20.
- 25.

del producto adicionado con suplemento dejan que desear, ya que este método no permite enmascarar totalmente el sabor que persiste en el alimento, aunque atenuado.

Los microgranulados según la presente invención
5. permiten remediar estos inconvenientes presentados por los productos conocidos.

Estos microgranulados están caracterizados por presentar un núcleo constituido por microcristales de metionina de dimensiones máximas de 10 micrones encapsulados en una matriz de polímero de forma esferoide,
10. dentro de la cual están distribuidos uniformemente, estando el núcleo revestido dentro de una varias capas de una proteína vegetal extraída partiendo del glutén, estando comprendido el diámetro de los microgranulados
15. obtenidos entre 25 y 100 micrones.

Los microgranulados según la invención tienen un flujo libre y son por consiguiente fáciles de manipular y almacenar. Pueden ser fácilmente incorporados en los alimentos secos o húmedos. Su peso específico
20. estando próximo de aquel de los alimentos a los cuales debe ser aportado el suplemento y siendo homogénea su granulometría, no se produce sedimentación en el transcurso del almacenamiento, incluso si éste es prolongado. Su conservación es excelente durante varios años. Son
25. de una dimensión tal que no se les puede detectar con el paladar cuando están mezclados con un alimento. Además, contienen una gran cantidad de metionina, cuyo sabor está totalmente enmascarado. Resisten los tratamientos térmicos a los cuales están usualmente sometidos los

alimentos. Por la protección que confieren a la metionina, la solubilidad de ésta última queda fuertemente disminuida, incluso en el agua caliente. Finalmente, la metionina es liberada progresivamente en el transcurso de la digestión, al mismo tiempo que los otros aminoácidos procedentes de la proteólisis de las proteínas del alimento, proporcionando así al alimento provisto de suplemento un valor nutritivo notablemente mejorado.

La invención se refiere igualmente a un procedimiento de fabricación de los microgranulados anteriormente definidos, caracterizado por las etapas siguientes:

1) Se pone en suspensión metionina bajo forma de microcristales con una dimensión máxima de 10 micrones en un medio acuoso coloidal, se dispersa la suspensión obtenida en un aceite con agitación intensa, se enfría progresivamente hasta la gelificación del medio acuoso, de modo a formar microesferas, disminuyendo simultáneamente la velocidad de agitación de modo a dejar sedimentar las microesferas, se separa una parte de la fase oleosa, se deshidratan las microesferas, se las separa, se las lava y se las seca.

2) Se colocan las microesferas en capa fluidificada en una corriente gaseosa caliente y se pulveriza sobre la superficie de las citadas microesferas una solución de recubrimiento de una proteína vegetal extraída partiendo del gluten.

Se pueden obtener los cristales de metionina utilizados en la primera etapa por micromolturación de metionina (DI-metionina o I-metionina) cristalizada en

- suspensión en agua con un molino coloidal del tipo de molino de bolas. Los cristales de metionina con una dimensión de 25 a 150 micrones (medido con el microscopio electrónico de barrido) son puestos en suspensión en agua. Con una elección adecuada de las proporciones metionina cristalizada/agua, de las dimensiones de las bolas y de la duración del tratamiento, se pueden obtener cristales que no superen los 10 micrones, teniendo la mayor parte de los mismos de 2 a 5 micrones. Por enfriamiento, se evita que el tratamiento se realice a una temperatura, por ejemplo, superior a 50°C, para no solubilizar más de aproximadamente un 5% de metionina. Se puede realizar de modo ventajoso la molturación con cualquier tipo de molino de bolas vertical o horizontal que trabaje de modo continuo.
- 5.
- 10.
- 15.

- La primera etapa del procedimiento es el encapsulado. Para realizarlo, se prepara una solución acuosa coloidal de una proteína, por ejemplo de gelatina. La viscosidad de esta solución es controlada y está comprendida ventajosamente entre 120 y 350 cps. Esto se obtiene manteniendo una temperatura de 55 a 70°C y una concentración de polímero de 30 a 50% de peso. Ha demostrado ser ventajoso adicionar un agente plastificante o de relleno a la solución para mejorar la formación de microsferas en el momento de su enfriamiento y disminuir su porosidad en el momento de la deshidratación posterior. En efecto, ha sido comprobado la formación de microcanales en la masa de la gelatina durante el enfriamiento y sobre todo durante la deshidratación
- 20.
- 25.

de las microesferas. Como agente plastificante o de relleno, se utiliza de modo ventajoso una goma alimenticia, goma arábica por ejemplo, o células de levadura enteras desintegradas, como por ejemplo de "Candida utilis".

5. La relación en peso de la mezcla polímero/agua es de modo ventajoso de 1:1 a 1:3, representando la goma arábica en la mezcla polímera de 15 a 50% en peso de la gelatina. Si se utilizan proteínas de levadura, éstas representan de 10 a 15% del peso de la gelatina.

10. A la solución así preparada se puede añadir la metionina bajo forma de microcristales obtenidos por micromolituración y secado o directamente en forma de suspensión acuosa procedente del molino coloidal. En todos los casos se tratará de obtener una relación de peso metionina/medio acuoso para obtener un contenido alto de metionina del orden de 40 a 50% en el producto final. En la práctica, esta relación es ventajosamente de 1:4 a 1:3.

15. Se agita a continuación la mezcla a la temperatura de 55 a 70°C durante aproximadamente 5 minutos y se introduce despacio el aceite precalentado a aproximadamente 60°C con agitación intensa. El aceite utilizado es preferentemente un aceite vegetal, por ejemplo aceite de cacahuates, de girasol, de maíz, de soja. Debe estar en cantidad suficiente para formar la fase continua de la emulsión de agua en aceite. La relación medio acuoso (en kg)/aceite (litros) puede ser así de 1:5 a 1:0,5. Preferiblemente es de aproximadamente 1:2.

20. Durante la adición del aceite, durante aproxima-

- damento 5 minutos, la temperatura es mantenida a aproximadamente 60 - 70°C. Se enfría entonces progresivamente la mezcla hasta una temperatura de aproximadamente 10 - 15°C durante 30 a 50 minutos disminuyendo simultáneamente la
5. velocidad de agitación, produciendo así la gelificación de microsferas del orden de 20 a 100 micrones. Se conserva la mezcla durante aproximadamente 25 - 30 minutos a la temperatura de 10 - 15°C y las microsferas se sedimentan. Se retira una parte del aceite, aproximadamente
10. 50 a 75% de volumen de la fase líquida, el cual aceite puede ser reciclado.

- Se procede a continuación a la deshidratación de las microsferas. Para hacerlo, se adiciona progresivamente un disolvente orgánico miscible en agua pero en
15. el cual la metionina no es soluble o lo es muy poco. Como disolvente pueden citarse las cetonas, por ejemplo la acetona y los alcoholes tales como el n-propanol o el isopropanol, siendo preferida la acetona. La temperatura de esta introducción es de 10 a 20°C y su duración
20. de 20 a 30 minutos. El volumen de disolvente adicionado es aproximadamente 4 a 6 veces el volumen del agua que debe ser extraída. Con la deshidratación lenta, se obtiene la captura de los cristales de metionina en el interior de las microsferas de polímero y éstas asumen su forma
25. y tamaño definitivos. Se observa una disminución del tamaño de las microsferas en el curso de la deshidratación y los corpúsculos de gran diámetro pueden encogerse. Se ve que es interesante utilizar concentraciones máximas iniciales de polímero, ya que cuanto más baja es la con-

centración de polímero, tanto mayor es la cantidad de agua y, por consiguiente, la solubilización de los cristales de metionina durante la preparación, consecuentemente, con la obligación de utilizar una mayor cantidad de disolvente en el momento de la deshidratación

5. y el riesgo de producir la contracción de las esferas. Sin embargo, se está limitado por la viscosidad del medio acuoso, ya que la finalidad es obtener un elevado porcentaje de incorporación de metionina en las microesferas, lo cual no es posible en un medio acuoso demasiado viscoso. Después de esta operación, las microesferas son totalmente separadas de la fase líquida por filtrado, lavadas con el disolvente frío para desembarazarlas del aceite y secadas.

15. La segunda etapa del procedimiento es el recubrimiento de las microesferas. El revestimiento permite una importante disminución de la solubilidad así como una mejor protección de las mismas. Esta operación se realiza de modo ventajoso en capa fluidificada, pulverizándose la solución de recubrimiento por medio de una tobera muy fina sobre la superficie de las microesferas que son elevadas por medio de una corriente gaseosa caliente con un movimiento homogéneo. La solución de recubrimiento se prepara por solución de una proteína vegetal, extraída del gluten en un medio disolvente volátil adecuado. Como proteína vegetal, se prefiere la zeína extraída partiendo del gluten de maíz. La zeína es una prolamina filmógena que se obtiene por extracción alcohólica del gluten procedente de los granos de maíz utilizados en la fabricación del

almidón. La zeína es insoluble en los alcoholes puros, pero es soluble en las mezclas hidroalcohólicas de 10 - 40% de agua. Se utiliza preferentemente una solución de 3 - 15% de zeína en etanol al 90%. Esta solución de zeína puede también contener en pequeña cantidad de aditivos solubles en el etanol tales como agentes tampón, modificadores, colorantes, etc., que mejoren la estabilidad o la apariencia de la capa de recubrimiento.

5. Mediante la regulación del tiempo de permanencia de las microsferas en la cámara de recubrimiento, se puede variar el espesor de la capa recubridora. Pueden obtenerse así microgranulados de dimensiones aproximadamente iguales que presenten una gama de espesores de recubrimiento, microgranulados que después de la ingestión liberarán la metionina de modo progresivo en el organismo.

10. Ciertamente, podrían ser obtenidos microgranulados de dimensiones superiores a 200 micrones, por ejemplo de 500 a 2.000 micrones, con gran facilidad por la puesta en práctica del procedimiento, sin por ello salirse del ámbito de la invención.

15. Los ejemplos que siguen ilustran la invención, siendo por peso las proporciones indicadas, salvo que se especifique lo contrario.

25. Ejemplo 1

Se alimenta un molino de bolas de laboratorio KDI (WAB) que trabaja de modo continuo y poseyendo las características siguientes: cilindro de 0,6 litros lleno al 80% de granalla de 0,5 - 0,75 mm de diámetro, agitador

de 4 discos de 64 mm de diámetro, con una velocidad periférica de 10 m/s, distancia del separador 0,05 mm, refrigeración por agua, con una suspensión acuosa de cristales de metionina de 25 a 150 micrones, en la proporción de peso metionina:agua 3:4,5. La producción de suspensión molturada es de 3 l/h y la temperatura de salida no es superior a 40°C. Se obtienen así microcristales que se secan.

10. 1 kg de metionina seca cuyo tamaño de partícula no es superior a 5 micrones es entonces introducido en 3,5 kg de solución acuosa de gelatina y goma arábiga (0,75 kg de gelatina - pig skin - de la firma Rousselot-Kuhlmann y 0,25 kg de goma arábiga en 2,5 litros de agua) en un reactor de doble camisa con agitador, con una temperatura de 65°C. Después de 5 minutos de agitación y de homogeneización de la metionina en este polímero, se adicionan despacio 10 litros de aceite de maíz precalentado a 60°C y la mezcla es mantenida a 65°C con agitación intensa hasta la formación de microesferas de un tamaño aproximado de 60 - 100 micrones. La mezcla es enfriada a continuación durante 35 minutos hasta 12°C siendo conservada a esta temperatura durante 25 minutos hasta la gelificación y la solidificación de las microesferas.

25. De esta mezcla se retira aproximadamente 50% de la fase líquida y se adicionan despacio 7l de acetona fría (tiempo de deshidratación 20 - 25 minutos).

Después de la deshidratación parcial, las microesferas son separadas totalmente de la fase líquida por

filtración, lavadas con 1,5 l de acetona fría y secadas al aire libre.

Para la etapa de revestimiento, se utiliza una solución de zeina en alcohol al 90%. La zeina (NBC Cleveland, Ohio) posee las siguientes características:

5.

peso molecular 25.000 - 30.000

peso específico 1,25 a 15°C

Pureza 98% (2% de xintófilo-isómero y aceite de maíz), cenizas 0,5% máximo.

10.

Insoluble en etanol, propanol, butanol

Soluble en los alcoholes en presencia de agua en cantidad de 10 - 40%.

La solución alcohólica de zeina (6 - 8% de zeina en etanol a 90 - 93%) es expulsada a chorro en forma de aerosol sobre la superficie de las esferas utilizando una capa fluidificada Glatt modelo WSG 15 hasta una cantidad correspondiente a 0,3 kg de zeina por un kg de esferas de partida, en las condiciones de trabajo siguientes:

15.

Turbina - caudal de aire 100 m³/h

20.

Temperatura de entrada 40 - 50°C

Temperatura de salida 24 - 34°C

Se obtienen así microsferas de 30 - 60 micrones conteniendo 40% de metionina.

Ejemplo 2

25.

1 kg de DL-metionina molturada, preparada como en el ejemplo 1, es introducido en 3 kg de mezcla de gelatina y de levadura desintegrada a la temperatura de 65°C.

Esta mezcla acuosa de gelatina y de levadura se

prepara por disolución de 0,35 kg de gelatina - pig-skin- en 2 kg de agua a 70°C y una adición de 0,15 kg de levadura "Candida utilis" desintegrada en una suspensión acuosa al 15%, por un molino de bolas y secada.

5. Después de 5 minutos de homogeneización de esta mezcla con metionina con agitación intensa, se introducen 10 litros de aceite de soja y la suspensión es enfriada durante 5 minutos a 45°C y hasta 11°C durante los siguientes 40 minutos. Después de 30 minutos a esta temperatura, las esferas se han solidificado.

10. La velocidad de agitación es reducida a continuación al mínimo y se dejan sedimentar las microsferas. Se separa el 50% de la fase líquida, se aumenta la velocidad de agitación y se adicionan despacio 7 litros de acetona fría (tiempo de deshidratación 20 minutos).

15. Las esferas deshidratadas son decantadas y filtradas a continuación, lavadas con 1,5 litros de acetona, secadas y revestidas de zeína como en el ejemplo N^o. 1. Se obtienen así microgranulados de 30 a 200 micrones que contienen aproximadamente 38% de metionina.

20. Ejemplo 3

25. Se repite el proceso del ejemplo 2 con la diferencia de que se utiliza un kg de gelatina, 0,5 kg de levadura "candida utilis" desintegrada, 2 kg de agua y 1 kg de DL-metionina.

La mezcla anteriormente citada es granulada a 70°C en 8 litros de aceite de soja y deshidratada con 12 l. de acetona. Las microsferas son separadas del aceite, lavadas, secadas y revestidas como se describe en el

ejemplo Nº 1.

Ejemplo 4

Se repite la preparación de los microgranulados según el ejemplo 1, utilizando 1 kg de L-metionina.

5.

Ejemplo 5

Se repite la preparación de los microgranulados según el ejemplo 1, exceptuando que se utilizan para la deshidratación 8 litros de isopropanol frío (tiempo de deshidratación 25 minutos). Las microesferas obtenidas por filtración son lavadas con 2 litros de isopropanol frío.

10.

Ejemplos 6 - 11

Procediendo como se ha descrito en el ejemplo 1, se preparan microgranulados de DL-metionina que tengan diferentes contenidos de DL-metionina, de mezcla de polímero y de zeína.

15.

Ejemplos	6	7	8	9	10	11
Contenido %						
DL-metionina	30	35	36	38	39	40
gelatina - goma						
arábica 3:1	35	45	41	49	41	41
zeína	31	16	20	10	14	16

20.

Ejemplo 12

Se ha estudiado la solubilidad en el agua de los microgranulados de los ejemplos 1, 6, 7, 9 en relación con la metionina sin protección, tratando las muestras en agua a 20 y 60°C con fuerte agitación. Han sido obtenidos los siguientes % de producto solubilizado en función del tiempo del tratamiento:

25.

Solubilización de un gramo de Dl-metionina protegida en 200 ml de agua después de 25 minutos, expresada en % de la cantidad de metionina total:

	Microgranulado del ejemplo nº	no protegido	1	6	7	9
5.	Solubilidad a 20°C 100% *		28-32	10-16	20-25	25-32
	Solubilidad a 60°C 100% *		40-50	26-28	35-40	40-44

* en el caso de la metionina no protegida, la disolución total se efectúa ya después de 2 minutos.

Ejemplo 13

10. Se ha realizado un test de nutrición con los ratones con nutrición deficiente en metionina y adicionada con metionina protegida y no protegida.

15. Los resultados del estudio de la toma de peso indican que la microencapsulación y el recubrimiento no bloquean la puesta en libertad de la metionina en el transcurso de la digestión.

20. Así, ratos macho Spargue-Dawley de aproximadamente 5 meses, con un peso medio de 113 g han sido alimentados durante 14 días con raciones de proteínas al 10% (calculado en % de nitrógeno total x 6,25) conteniendo respectivamente caseína, levadura "Candida utilis" e isolato de proteínas de soja como únicas fuentes de proteínas, y a continuación con los mismos alimentos complementados con 0,1% de dl, metionina no protegida y con 0,25% de granulados al 40% de dl-metionina (correspondiente a 0,1% de dl-metionina pura). Cada ración contenía además 3% de una mezcla de minerales (preparada teniendo en cuenta el contenido de fósforo y calcio de las distintas fuentes de proteínas y asegurando un equilibrio correcto de los elementos calcio, fósforo y magnesio entre otros), 1% de mezcla de vi-

25.

taminas, 10% de aceite de cacahuete, 5% de fécula de patata y el complemento al 100% de fécula de maiz. Los resultados de la ganancia de peso, de la cantidad de alimento y de proteínas absorbidos, el "Protein Efficiency ratio" o P.E.R. están indicados en el cuadro al pie, así como la diferencia con el tipo medio para estos valores.

Alimento	Tratamiento	Ganancia de peso (g)	Toma de alimento (g)	Ganancia de proteínas (g)	PER
10.	A. Caseína (10% proteína)	31,5 ± 6,6	166,8 ± 13,7	17,0 ± 1,4	1,76 ± 0,22
	B. Caseína +0,1% dl-Metionina	71,5 ± 2,7	222,8 ± 4,6	22,9 ± 0,5	3,13 ± 0,08
15.	C. Caseína +0,25% Met. encapsulada	72,2 ± 7,0	194,5 ± 7,7	20,0 ± 0,8	3,59 ± 0,25
	D. C.utilis (10% proteína)	4,5 ± 1,4	111,1 ± 5,7	11,2 ± 0,6	0,38 ± 0,11
20.	E. C.utilis +0,1% dl-met.	44,4 ± 6,0	175,4 ± 11,4	17,8 ± 1,2	2,44 ± 0,19
	G. C.utilis +0,25 dl-met. encapsulada	36,3 ± 2,0	162,5 ± 6,9	16,5 ± 0,7	2,20 ± 0,06
25.	H. Proteína de soja (10% proteína)	11,2 ± 2,9	146,0 ± 9,5	14,9 ± 1,0	0,70 ± 0,17
	J. Proteína de soja +0,1% dl-met.	33,7 ± 5,3	169,6 ± 8,7	17,3 ± 0,9	1,91 ± 0,18
	K. Proteína de soja +0,25% Met. encapsulada	36,2 ± 3,8	176,2 ± 6,7	18,1 ± 0,7	1,98 ± 0,14

Ejemplo 14

5. Se ha complementado harina de soja con un contenido de 1,5 g de metionina por 16 g de nitrógeno total con una cantidad de DL-metionina microencapsulada y revestida correspondiente en el producto final a 2,6 g de metionina por 16 g de nitrógeno total.

Se han complementado proteínas de levadura "Candida utilis" con 0,2% de L-metionina microencapsulada y revestida.

10. Las pruebas organolépticas han indicado que, en cada caso, el alimento al cual ha sido aportado un suplemento con los microgranulados de metionina no puede ser distinguido de una preparación usual, sin complemento, desde el punto de vista de sabor y olor y, por consiguiente,
15. te, que los microgranulados son indetectables al paladar y perfectamente neutros.

...-

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones; 2

20. 1. Procedimiento para la fabricación de microgranulados conteniendo metionina, esencialmente destinados a ser añadidos a alimentos que presenten un déficit de metionina, para aumentar su valor nutritivo, caracterizado porque, en su realización comprende una primera etapa, en la que se
25. pone en suspensión la metionina en forma de microcristales con una dimensión máxima de 10 micrones en un medio acuoso

coloidal, se dispersa la suspensión obtenida en un aceite con agitación intensa para formar microesferas, se enfría progresivamente la dispersión formada hasta la gelificación del medio acuoso, disminuyendo después gradualmente la velocidad de agitación, con objeto de dejar sedimentar las microesferas, se separa una parte de la fase oleosa, se deshidratan las microesferas, se las separa, se las lava y se las seca, y, en una segunda etapa del proceso, se colocan las microesferas en capa fluidificada en corriente gaseosa caliente y sobre la superficie de las citadas microesferas, se pulveriza una solución de recubrimiento de una proteína vegetal extraída de gluten.

15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que los microcristales de metionina puestos en suspensión en la etapa primera del proceso se forman por micromolturación en continuo de cristales con dimensión de 25 a 150 micrones en suspensión acuosa, en un molino coloidal del tipo molino de bolas, y secado después el material molturado.

20. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que, en la citada primera etapa del proceso, su realización se lleva a cabo formando una solución acuosa coloidal de polímero, con una viscosidad de 120 a 350 centipoises a la temperatura de 55 a 70°C, en una relación ponderal polímero: agua de 1:1 a 1:3, donde se suspende la metionina en una proporción en peso metionina:medio acuoso de 1:4 a 1:3, se agita la mezcla durante aproximadamente 5 minutos, se alimenta después a la suspensión; lentamente el aceite caliente, con agitación intensa en cantidad suficiente para formar una emulsión de agua en aceite, preferentemente en una re-

lación peso del medio acuoso: volumen de aceite de 1:5 a 1:0,5. se enfría después progresivamente la mezcla, disminuyendo simultáneamente la velocidad de agitación, hasta una temperatura de 10-15°C durante 30 a 50 minutos, se dejan sedimentar las microesferas durante aproximadamente otros 25 - 30 minutos y se retira de 50 a 75% del volumen de aceite.

4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por el hecho de que el citado polímero formador de la solución una mezcla acuosa coloidal es una composición de 15 a 20 partes en peso de goma arábiga por 100 partes de gelatina, o bien de 10 a 50 partes en peso de proteínas de levadura desintegrada por 100 partes de gelatina.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la deshidratación de las microesferas en la primera etapa del proceso es realizada adicionando progresivamente un disolvente orgánico miscible en agua y en el cual la metionina no es soluble o es tan sólo poco soluble, a 10 - 20°C durante 20 a 30 minutos, a razón de 4 a 6 veces el volumen de agua a extraer.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por preferirse acetona como disolvente orgánico para la citada deshidratación de las microesferas.

7. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la solución de revestimiento para las microesferas, en la segunda etapa del proceso, esta formada por una solución de 5-15 partes en peso de zeína en 100 partes de etanol acuoso que comporta 10 - 40% en peso de agua.

8. Procedimiento para la fabricación de microgranulados conteniendo metionina.

Según se describe y reivindica la presente memoria
descriptiva que consta de 21 páginas foliadas y escritas a
máquinas por una sola cara.

Madrid, a 21 de Febrero de 1.978

p. a.

JAIME ISERN

p. p.



Firmado: JESUS PICAZO