

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 422 782**

51 Int. Cl.:

C07F 15/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.12.2002 E 02804644 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.05.2013 EP 1453843**

54 Título: **Oligoelemento en polvo, procedimiento y dispositivo para su fabricación**

30 Prioridad:

11.12.2001 FR 0116164
26.08.2002 FR 0210632

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.09.2013

73 Titular/es:

PANCOSMA S.A. (100.0%)
6, Voie Des Traz
1218 Le Grand-Saconnex, CH

72 Inventor/es:

JACQUIER, YVAN y
OGUEY, SÉBASTIEN

74 Agente/Representante:

TRIGO PECES, José Ramón

ES 2 422 782 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Oligoelemento en polvo, procedimiento y dispositivo para su fabricación.

5 **Sector de la técnica**

[0001] La invención hace referencia a los complejos organometálicos en forma de polvo, los cuales, por su propia naturaleza, están destinados a ser utilizados como fuente de metal biodisponible para el animal o para el ser humano. Estos complejos suelen ser, por regla general, combinaciones de aminoácidos y de metales, y se designan por medio de las denominaciones oligoelementos o macroelementos.

10 **Estado de la técnica**

[0002] Expuestos al aire húmedo, este tipo de complejos en polvo conocidos no son estables a la humedad. Captan rápidamente la humedad. Al hacerlo, se endurecen, adquieren masa, forman una corteza o, incluso, se vuelven pastosos o líquidos. Este fenómeno se denomina engrumado o deliquesencia. Como resultado, los complejos ya no son hidrosolubles y perfectamente dispersables al mismo tiempo.

[0003] Estos inconvenientes perturban profundamente los usos principales de estos complejos, en los cuales se desea poder mezclar homogéneamente el complejo en una dosis reducida con un sustrato, por ejemplo, en una dosis del orden de 1 a 1.000 gramos por tonelada, o bien, en mezclas en dosis del orden del 1 al 250 ‰.

[0004] Por tanto, lo que se desea es disponer de un polvo que sea lo suficientemente fino y, por lo tanto, que la finura del mismo sea suficiente cuando se mezcle con el sustrato. En las condiciones de uso habituales, el sustrato suele contener, con frecuencia, una determinada cantidad de agua libre. La mezcla sólo es, por tanto, posible si el polvo presenta una higroscopicidad suficientemente débil para que estos granos queden sueltos / separados y dispersables a pesar de haber una presencia de humedad.

[0005] La invención afecta más especialmente a los complejos organometálicos de glicina.

[0006] A fecha de hoy se emplea un número restringido de técnicas para obtener productos en polvo, de los cuales, el más corriente es el secado por atomización, al que se denomina "spray dry".

[0007] El secado por atomización consiste en colocar la solución acuosa concentrada que contenga el producto a secar en una turbina, o en boquillas para pulverizar esta solución en finas gotitas dentro de una cámara a alta temperatura (entre 150 y 220 °C). Una vez allí, el agua se evapora inmediatamente y las partículas muy finas de producto son transportadas por una corriente de aire hasta llegar a un ciclón colector para separar el aire húmedo del producto seco.

[0008] Se describe un ejemplo de aplicación del secado por atomización en el documento WO 99 61037, para preparar un aditivo que contenga en mezcla una planta botánica, celulosa microcristalina y carbonato de calcio. Se realiza de esta forma una composición en polvo directamente compresible para poder formar comprimidos. El documento no se preocupa del eventual carácter higroscópico de los productos, ni de los medios para reducir la higroscopicidad de un producto pulverulento.

[0009] La tecnología de secado por atomización produce necesariamente gotitas pulverizadas de un pequeño tamaño y con un contenido muy bajo de agua. No permite seleccionar eficazmente el índice de humedad, ni la granulometría del producto acabado. El producto obtenido presenta una higroscopicidad de bastante importancia, lo que conlleva fenómenos de formación de grumos o de deliquesencia.

[0010] El documento US 4 111 853 A se refiere a formulaciones de polvos detergentes a base de NaAOS. Los polvos se obtienen por medio de un procedimiento de secado por atomización. El polvo obtenido de esta forma contiene agua libre, y, por lo tanto, no es cristalino. Para evitar la formación de grumos, el documento enseña a mezclar polvo detergente con silicato de sodio, es decir, una mezcla de silicio y óxido de sodio. El resultado de ello es que la mezcla no es totalmente hidrosoluble.

[0011] En el documento US 5 468 720 A, el sílice se utiliza igualmente para evitar la formación de una costra en un polvo de cloruro de mepiquat obtenido mediante secado en vacío. Los índices de humedad del polvo producido de esta forma es muy baja, y el polvo no se cristaliza.

[0012] El documento US 5 840 358 trata sobre la preparación de un aditivo alimentario a base de lisina para animales. El documento menciona el carácter higroscópico del producto de partida, lo que provoca su aglomeración y la formación de costras, e impide su mezcla con los alimentos. Para evitar estos inconvenientes, el documento enseña a secar el producto en un lecho fluidificado, en el cual las partículas quedan en suspensión en una corriente de aire o de gas dirigida desde abajo hacia arriba. Simultáneamente el producto se pulveriza en forma líquida en el

lecho fluidificado, y procede a recargar las partículas aumentando de esta forma su tamaño, y compactándolas individualmente. De esta forma se disponen partículas compactadas en capas, de una forma similar a una cebolla, cuyo tamaño varía entre 100 y 1.500 micras, y, preferiblemente, de 500 a 1.200 micras. Los tamaños de las partículas son elevados, y son convenientes para las concentraciones habituales del orden del 3% para agregar lisina a los alimentos para el ganado. Pero estos tamaños son demasiado grandes para los productos destinados a ser utilizados según las dosis de 1 a 1.000 gramos por tonelada. Además, el procedimiento de lecho fluidificado aparentemente no permite realizar complejos cristalinos.

[0013] El documento US 5 213 838 describe la fabricación de un sustituto de la sal de cocina. Una mezcla de sales en solución se seca en vacío en un evaporador rotativo en vacío para eliminar la mayor parte de agua. Antes de realizar el secado completo, la pasta se transfiere a un dispositivo de secado con aire caliente para conseguir un secado completo. A continuación, se tritura el sólido obtenido. El polvo obtenido de esta forma presenta de forma manifiesta una elevada higroscopia. Para reducir este inconveniente, el documento propone cubrir los cristales de sales obtenidos con una capa protectora de un material que no reaccione con el agua o el vapor de agua. El material se pulveriza en un lecho fluidificado de polvo cristalino. Algunos ejemplos de material son el ácido fosfórico, el ácido sulfúrico o sales de potasio. Se comprende que este procedimiento necesita la introducción de componentes suplementarios que perjudican o contaminan la pureza del producto final, y que perjudican igualmente a la solubilidad del producto final.

[0014] El documento US 3 950 372 describe un complejo hidrosoluble de glicina con un sulfato de manganeso, en el cual la glicina está unida al metal por un único oxígeno de su grupo carbonilo.

Descripción breve de la invención

[0015] El problema propuesto por la presente invención consiste en evitar los inconvenientes de los productos y procedimientos conocidos, proponiendo complejos organometálicos de glicina hidrosolubles, y su procedimiento de obtención, que aunque formateados en forma de polvo fino y que contengan uno o varios productos de carácter higroscópico inherente, presenten una higroscopicidad muy débil que permita su estabilidad en las condiciones habituales de uso, manteniéndose los complejos hidrosolubles y perfectamente dispersables al mismo tiempo.

[0016] Se busca concretamente que el compuesto pulverulento sea lo suficientemente estable en presencia de humedad para que se conserve, mezclado después de forma homogénea con un sustrato en dosis reducidas del orden de 1 a 1.000 gramos por tonelada.

[0017] La invención pretende resolver este problema sin añadir productos suplementarios.

[0018] La idea que es la base de la invención consiste en conferir al complejo en polvo una forma física y/o química apropiada que presente en sí misma una higroscopicidad netamente más reducida que los productos de partida o que los compuestos similares obtenidos a partir de productos de partida por medio de procedimientos habitualmente utilizados, sin por ello dañar su carácter hidrosoluble.

[0019] Para alcanzar este objetivo, al igual que otros, la invención propone concretamente un complejo organometálico hidrosoluble de glicina con un sulfato de metal en el que la glicina está unida por enlace al metal por los dos oxígenos de su grupo carbonilo.

[0020] Preferentemente, según la invención, el complejo es cristalino. La solubilidad en el agua se realiza absteniéndose de introducir un agente antiaglutinante en polvo no soluble, como la sílice. El estado cristalino se obtiene eligiendo las condiciones de secado que confieran un índice de hidratación apropiado.

[0021] La familia de complejos organometálicos de glicina según la invención está formada por complejos en los que la glicina está unida al metal por los dos oxígenos de su grupo carbonilo, según la fórmula:



en la cual el radical R se refiere a - CH₂ - NH₃.

[0022] Esta familia comprende complejos cuyo metal es el manganeso, el cobre, el hierro o el zinc.

[0023] Dentro de esta familia se incluyen particularmente el glicinato de hierro sulfato trihidrato, el glicinato de manganeso sulfato anhidro, el glicinato de cobre sulfato dihidrato, el glicinato de zinc sulfato dihidrato, el glicinato de zinc sulfato trihidrato.

[0024] El polvo según la invención puede estar formado por un solo complejo definido más arriba. Pero también puede comprender una mezcla que contenga al menos uno de los complejos que aparecen a continuación.

[0025] La invención propone igualmente un procedimiento de acondicionamiento en polvo de un complejo organometálico hidrosoluble, aplicable en particular a los complejos definidos más arriba, donde el procedimiento comprende las etapas siguientes:

- a) poner el producto o los ingredientes en solución acuosa;
- b) secar en vacío la solución acuosa mezclando en una instalación de secado en vacío, a temperatura y presión adaptadas, hasta conseguir un índice de humedad apropiado;
- c) asegurarse de que los granos del compuesto obtenido tienen un tamaño apropiado, mediante una trituración del compuesto tras el secado o seleccionando las condiciones de secado.

[0026] Si los granos obtenidos por secado son demasiado grandes, se tritura el compuesto secado resultante, y/o se tamiza, de tal forma que se obtengan los granos con un tamaño apropiado.

[0027] Para determinados compuestos, se podrá evitar la etapa de trituración si una selección apropiada de las condiciones de secado permite obtener la granulometría deseada.

[0028] En la práctica el índice de humedad apropiado al final del secado es superior al 0,5% en peso, salvo en el caso de complejos anhidros. Preferentemente, el índice de humedad al finalizar el proceso de secado está comprendido entre el 1% y el 40% en peso para los complejos hidratos.

[0029] En función de los productos contenidos en la solución, se escoge el índice de humedad de manera que los granos obtenidos se encuentren en fase cristalina sólida con un contenido de agua en cantidad similar a la cantidad necesaria para la obtención de la composición química desecada, o la cantidad correspondiente a la hidratación completa del complejo cristalizado.

[0030] Preferentemente, la granulometría apropiada obtenida mediante secado y tras la eventual trituración y/o tamizado es tal que el 10% como máximo de los granos tiene un diámetro inferior a 40 μm , y el 5% como máximo de los granos tiene un diámetro superior a 900 μm .

[0031] El procedimiento de preparación de pulverulentos según la invención puede encontrar su aplicación igualmente en preparaciones diferentes a los complejos de glicina mencionados anteriormente. Se puede aplicar con éxito en la preparación de quelatos, de proteinatos, de quelatos europeos a base de aminoácidos ácidos aminados procedentes de la hidrólisis de la soja, de los pulverulentos a base de determinadas levaduras.

Descripción breve de las figuras

[0032] El procedimiento según la invención, así como los ejemplos de compuestos, se describirá ahora en relación a las imágenes y figuras que se adjuntan, dentro de las cuales:

- la figura 1 ilustra de forma esquemática un dispositivo para obtener complejos organometálicos según la invención;
- las figuras 8 y 9 son dos representaciones de la estructura química tridimensional del glicinato de hierro sulfato trihidrato según la invención;
- las figuras 10 y 11 ilustran respectivamente la estructura química tridimensional y la disposición tridimensional cristalizada del glicinato de manganeso sulfato anhidro según la invención;
- las figuras 12 y 13 ilustran respectivamente la estructura química tridimensional y la disposición tridimensional cristalizada del glicinato de cobre sulfato dihidrato según la invención;
- las figuras 14 y 15 ilustran respectivamente la disposición tridimensional cristalizada y la estructura química tridimensional del glicinato de cobre sulfato dihidrato según la invención;
- las figuras 18 y 19 ilustran respectivamente la estructura química tridimensional y la disposición tridimensional del glicinato de zinc sulfato trihidrato según la invención.

Descripción detallada de la invención

[0033] Vamos a hacer referencia inicialmente a la figura 1, que ilustra esquemáticamente un dispositivo que permite la fabricación de complejos según la invención.

[0034] El dispositivo comprende un mezclador-secador 1 formado por una cuba cónica 2 estanca, provista de una entrada superior 3 para los reactivos, de una salida superior de extracción de gas 4, de una salida inferior 5 obturada por una válvula 6, y de un brazo de agitación 7 engranado en rotación axial 8 por un motor 9.

[0035] La válvula 6 es estanca. La entrada superior 3 está obturada por una tapa estanca desmontable. La salida

superior de extracción de gas 4 se conecta por medio de una canalización 10 a una bomba de vacío 11 con interposición de un condensador 12.

5 [0036] La cuba cónica 2 del mezclador-secador 1 está envuelta por una doble funda 13, cuyo espacio intermedio puede estar recorrido por un fluido transmisor de calor con una doble capa 13 cuyo espacio intermedio puede estar recorrido por un fluido transmisor de calor que permite calentar y refrigerar a voluntad el contenido del mezclador-secador 1.

10 [0037] El dispositivo también consta de un triturador 14, preferentemente un triturador anti-deflagrante, que recibe en un tamiz 15 los productos que salen de la salida inferior 5 del mezclador-secador 1, y que los tritura para transmitirlos a continuación por la salida 16 a un dispositivo de ensanchado no representado.

15 [0038] Cuando se fabrican complejos por medio de uno de estos dispositivos de conformidad con la invención, se ponen los productos en solución acuosa bien en el exterior del mezclador-secador 1, bien directamente en el interior del mezclador-secador 1 siempre que sea posible. Los reactivos se introducen por la entrada superior 3, a presión atmosférica, estando la válvula 6 cerrada. Se cierra la entrada superior 3, se alimenta el motor 9 para engranar el brazo de agitación 7, se calienta la mezcla a la temperatura apropiada por el paso de fluido transmisor de calor en la doble capa 13, y después se acciona la bomba en vacío 11 para secar bajo vacío mientras se mezcla en el mezclador-secador 1. Se rompe el vacío y se detiene el calentamiento cuando se obtiene el índice de humedad apropiado en el mezclador-secador 1. Se transfiere la sustancia en polvo obtenida directamente a un dispositivo de embolsado siempre que el polvo presente la granulometría deseada a la salida del mezclador-secador 1. Si es necesario, se transfieren los polvos del mezclador-secador 1 hacia el triturador 14, y se trituran entonces los polvos hasta obtener la granulometría deseada, y/o se tamizan los polvos a la salida del mezclador-secador 1 o del triturador. 14.

25 [0039] En la práctica se puede registrar el momento en el que se ha obtenido el índice de humedad apropiado, sea analizando la curva de velocidad de extracción de agua del mezclador-secador 1, sea tomando una muestra de compuesto en el mezclador-secador 1 y controlando su aspecto pulverulento y su fluidez.

30 [0040] Ahora se describirán los productos obtenidos, además de su modo de obtención posible. Las cantidades de compuestos se indican en valor absoluto, correspondiente a la capacidad del mezclador-secador utilizado. Se comprenderá que estas cantidades pueden ser modificadas en una proporción relativa las unas y las otras. Son igualmente posibles variaciones de algunos porcentajes en las cantidades relativas de compuestos.

35 [0041] Los índices de humedad han sido medidos por desecación con infrarrojos. Los porcentajes de metal han sido medidos por espectrometría de absorción atómica. Los índices de nitrógeno se han medido por análisis volumétrico de acuerdo con Kjehldahl. La estructura química ha sido determinada por difracción de rayos X, beneficiándose del hecho de que los complejos se han obtenido en forma cristalina.

40 Glicinato de hierro sulfato trihidrato

[0042] La síntesis del glicinato de hierro sulfato trihidrato se opera de la siguiente manera:

45 Se introducen 779 kg de agua en un mezclador-secador en vacío.

[0043] El agua se calienta a 60°C, y después se introducen 2142 kg de sulfato de hierro II heptahidrato y 579 kg de glicina en el mezclador-secador.

50 [0044] La mezcla se agita y calienta hasta que alcanza una temperatura de 70°C.

[0045] La evaporación en vacío comienza entonces, con una presión mínima de 10 mbar y una temperatura de la doble capa del mezclador-secador de 95°C.

55 [0046] Se prosigue con el secado hasta que el producto obtenido tenga un índice de humedad del 19%. (La medida del índice de humedad puede realizarse con la ayuda de un desecador por infrarrojos o halógeno, o por termogravimetría).

[0047] Se recupera el producto, en forma de polvo beige grueso, y después se tritura en un triturador antideflagrante.

60 [0048] El producto obtenido es el glicinato de hierro sulfato trihidrato.

[0049] La fórmula química de este complejo es la siguiente:

65 $[\text{Fe}[(\text{H}_2\text{O})_2(\text{SO}_4)_2] \text{Glicina} [\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_4] \text{Glicina}]_n$.

[0050] La estructura tridimensional de este complejo se ilustra en las figuras 8 y 9.

Glicinato de manganeso sulfato anhidro.

5 [0051] La síntesis del glicinato de manganeso sulfato anhidro se realiza de la siguiente manera:

Se introducen 1.623 kg de agua en un mezclador-secador en vacío.

10 [0052] El agua se calienta a 55°C, y después se introducen 1.320 kg de sulfato de manganeso monohidrato y 584 kg de glicina en el mezclador-secador.

[0053] La mezcla se agita y calienta hasta obtener una temperatura de 65°C.

15 [0054] La evaporación en vacío comienza entonces con una presión mínima de 10 mbar y una temperatura de la doble capa del mezclador-secador de 95°C.

[0055] Se prosigue con el secado hasta que el producto obtenido tenga un índice de humedad inferior al 3%. (La medida del índice de humedad puede realizarse con la ayuda de un desecador por infrarrojos o halógeno, o por termogravimetría).

20 [0056] Se recupera el producto, en forma de bolas rosáceas, y después se tritura en un triturador antideflagrante.

[0057] El producto obtenido es el glicinato de manganeso sulfato anhidro.

25 [0058] La fórmula química de este complejo es la siguiente:



30 [0059] La estructura tridimensional de este complejo se ilustra en las figuras 10 y 11.

Glicinato de cobre sulfato dihidrato.

[0060] La síntesis del glicinato de cobre sulfato dihidrato se opera de la siguiente manera:

35 Se introducen 1.100 kg de agua en un mezclador-secador en vacío.

[0061] El agua se calienta a 55°C, y después se introducen 1.891 kg de sulfato de cobre pentahidrato y 572 kg de glicina en el mezclador-secador.

40 [0062] La mezcla se agita y calienta hasta obtener una temperatura de 70°C.

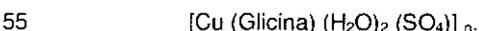
[0063] La evaporación en vacío comienza entonces con una presión mínima de 10 mbar y una temperatura de la doble capa del mezclador-secador de 95°C.

45 [0064] Se prosigue con el secado hasta que el producto obtenido tenga un índice de humedad del 13%. (La medida del índice de humedad puede realizarse con la ayuda de un desecador por infrarrojos o halógeno, o por termogravimetría).

50 [0065] Se recupera el producto, en forma de polvo azul grueso, y después se tritura en un triturador antideflagrante.

[0066] El producto obtenido es el glicinato de cobre sulfato dihidrato.

[0067] La fórmula química de este complejo es la siguiente:



[0068] Se ilustra la estructura tridimensional de este complejo en las figuras 12 y 13.

Glicinato de zinc sulfato dihidrato

60 [0069] La síntesis del glicinato de zinc sulfato dihidrato se opera de la siguiente manera:

Se introducen 1617 kg de agua en un mezclador-secador en vacío.

65 [0070] El agua se calienta a 55°C, y después se introducen 1318 kg de sulfato de zinc monohidrato y 555 kg de

glicina en el mezclador-secador (la disolución del sulfato de zinc monohidrato es ligeramente exotérmica).

[0071] La mezcla se agita y calienta hasta obtener una temperatura de 70°C.

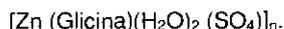
5 [0072] La evaporación en vacío comienza entonces con una presión mínima de 10 mbar y una temperatura de la doble capa del mezclador-secador de 95 °C.

[0073] Se prosigue con el secado hasta que el producto obtenido tenga un índice de humedad del 13,2%. (La medida del índice de humedad puede realizarse con la ayuda de un desecador por infrarrojos o halógeno, o por termogravimetría).

10 [0074] Se recupera el producto, en forma de polvo blanquecino bruto, y después se tritura en un triturador antideflagrante.

15 [0075] El producto obtenido es el glicinato de zinc sulfato dihidrato.

[0076] La fórmula química de este complejo es la siguiente:



20 [0077] La estructura tridimensional de este complejo se ilustra en las figuras 14 y 15.

Glicinato de zinc sulfato trihidrato y pentahidrato.

25 [0078] Se realiza según el procedimiento de la invención un compuesto a base de sulfato de zinc, de glicina y de agua.

[0079] Para ello se introducen 80 partes de agua (por ejemplo 80 kg) en el mezclador-secador 1, se calienta el agua a unos 76°C aproximadamente. Se efectúa una premezcla que contiene 30 partes de glicina y 70 partes de sulfato de zinc monohidrato. Se introduce la premezcla en el agua caliente que se encuentra en el mezclador-secador 1, en una proporción de 100 partes de mezcla por cada 80 partes de agua. Se agita el conjunto a 83°C por accionamiento del brazo de agitación 7. Se obtiene una solución perfectamente limpia. Se comienza la evaporación en vacío por agitación, a una presión mínima de 10 milibares, por accionamiento de la bomba de vacío 11. Transcurridos 30 minutos, el producto ha precipitado. Se continúa su secado durante 3 horas mezclando todo ello. Se obtiene entonces un producto en forma de bolas y de polvo grueso, que se recupera después del triturado en el triturador 14, para obtener una granulometría aprobada.

[0080] Se detiene el secado cuando el índice de humedad se encuentra entre el 18% y el 27%, ventajosamente del 21% al 25% aproximadamente. La trituración es tal que la granulometría d_{50} es de 180 μm aproximadamente, y d_{10} es de 100 μm aproximadamente.

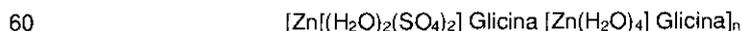
[0081] El compuesto obtenido presenta un porcentaje de zinc de aproximadamente el 20%, un porcentaje de nitrógeno de aproximadamente 4,3%, y un índice de humedad del 21% al 25% aproximadamente. La densidad del compuesto obtenido es de 1,0, valor que es netamente superior a la densidad del compuesto obtenido a partir de los mismos productos de partida con un procedimiento de secado por atomización. Esta densidad superior, unida a la granulometría más gruesa obtenida por trituración, permite de una forma muy ventajosa evitar los problemas de pulverulencia.

[0082] Un análisis del polvo por difracción de rayos X sobre el polvo ha mostrado que el producto obtenido presenta una estructura química nueva, constituida por dos cristales distintos:

1) un complejo hidrosoluble, que se puede designar por la apelación glicinato de zinc sulfato pentahidrato, y que tiene la siguiente estructura química:



2) un complejo de tipo polímero organometálico lineal hidrosoluble, que se puede designar por la denominación de glicinato de zinc sulfato trihidrato, y cuya estructura química es la siguiente:



[0083] La figura 18 muestra la estructura química tridimensional del segundo complejo de tipo polímero, y la figura 19 presenta la disposición tridimensional de este segundo complejo polímero.

65 [0084] El procedimiento permite la obtención de un polvo cristalino hidrosoluble, constituido de una mezcla de

complejos cristalinos según las dos fórmulas anteriores.

5 [0085] En los ejemplos anteriores, se ha obtenido un polvo cristalino, exento de fluidez, perfectamente estable a la humedad: se efectuó un ensayo en un humidificador, a 25 °C y con el 100% de humedad. El polvo no se vio alterado después de tres días. Además, el polvo era totalmente hidrosoluble y perfectamente homogéneo.

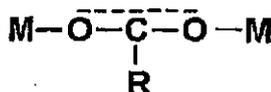
10 [0086] Los complejos descritos anteriormente son productos nuevos, de los que no se ha dado descripción alguna hasta ahora. En particular, no se ha dado hasta la fecha descripción alguna de los medios para obtener estos productos, ni para obtener estos productos en forma cristalina.

15 [0087] En el caso de que un metal que pueda dar lugar a al menos a dos complejos con índices de hidratación específicos distintos en estado cristalino, se puede obtener un polvo que contenga una mezcla de estos complejos eligiendo, al final de la etapa de secado, un índice de humedad intermedio entre el índice de humedad correspondiente a los porcentajes de agua asociada de los complejos cristalizados. El ejemplo anterior de los glicinatos de zinc sulfato trihidrato y pentahidrato es una ilustración.

REIVINDICACIONES

1. Complejo organometálico hidrosoluble de glicina con un metal, en el que la glicina tiene un enlace con el metal por los dos oxígenos de su grupo carbonilo, siguiendo la fórmula:

5



2. Complejo según la reivindicación 1, caracterizado por que es cristalino.

10

3. Complejo según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por que el metal es manganeso, cobre, hierro o zinc.

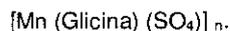
4. Complejo según la reivindicación 3, caracterizado por que constituye un glicinato de hierro sulfato trihidrato, según la fórmula:

15



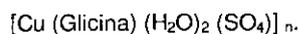
5. Complejo según la reivindicación 3, caracterizado por que constituye un glicinato de manganeso sulfato anhidro, según la fórmula:

20



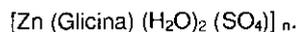
6. Complejo según la reivindicación 3, caracterizado por que constituye un glicinato de cobre sulfato dihidrato, según la fórmula:

25



7. Complejo según la reivindicación 3, caracterizado por que constituye un glicinato de zinc sulfato dihidrato, según la fórmula:

30



8. Complejo según la reivindicación 3, caracterizado por que constituye un glicinato de zinc sulfato trihidrato, según la fórmula:

35



9. Complejo según una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 8, caracterizado por que se encuentra con la forma de polímero hidrosoluble.

40

10. Complejo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que contiene agua asociada en cantidad parecida a la cantidad correspondiente a la hidratación completa del complejo cristalizado.

11. Polvo compuesto por una mezcla que contenga, al menos, uno de los complejos según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.

45

12. Procedimiento de preparación en polvo de un complejo hidrosoluble según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, que comprende las siguientes etapas:

50

- a) poner el producto o los ingredientes en solución acuosa,
- b) secar en vacío la solución acuosa mezclando en una instalación de secado en vacío (1), a una temperatura y presión adaptadas, hasta conseguir el índice de humedad apropiado,
- c) asegurarse de que los granos del compuesto obtenido tienen un tamaño adecuado, por medio de un triturado y/o tamizado del compuesto una vez secado, o por una elección de las condiciones de secado.

55

13. Utilización de un complejo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 como fuente de metal biodisponible para el animal o el hombre.

60

14. Utilización según la reivindicación 13, en la cual el complejo se mezcla de forma homogénea en un sustrato según unas dosis reducidas del orden de 1 a 1.000 gramos por tonelada.

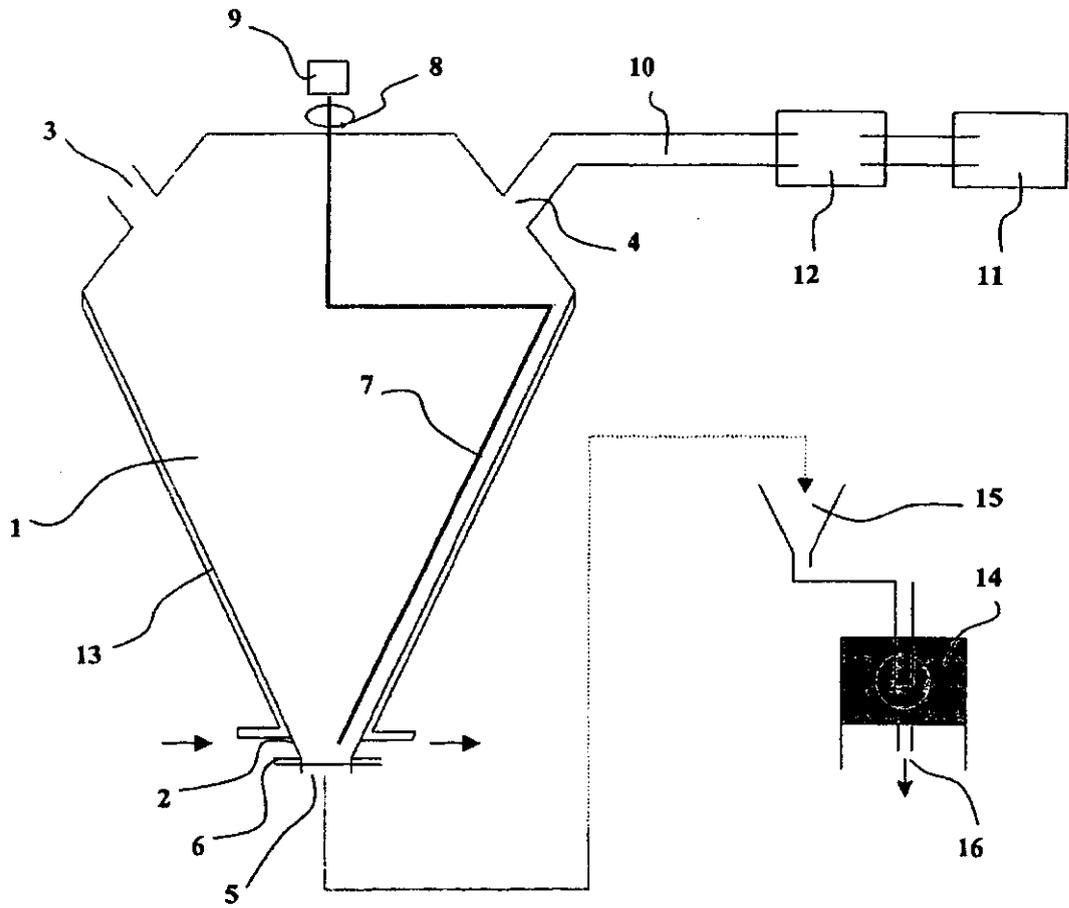


FIG. 1

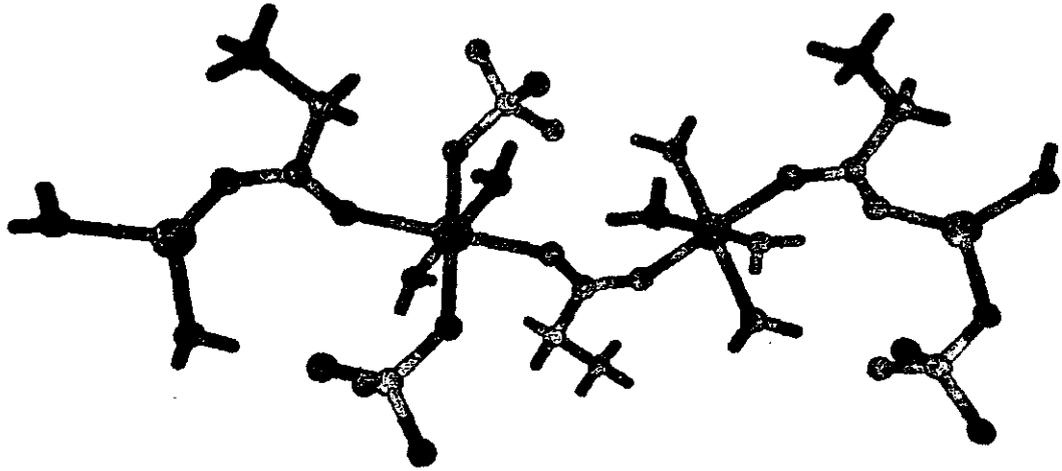
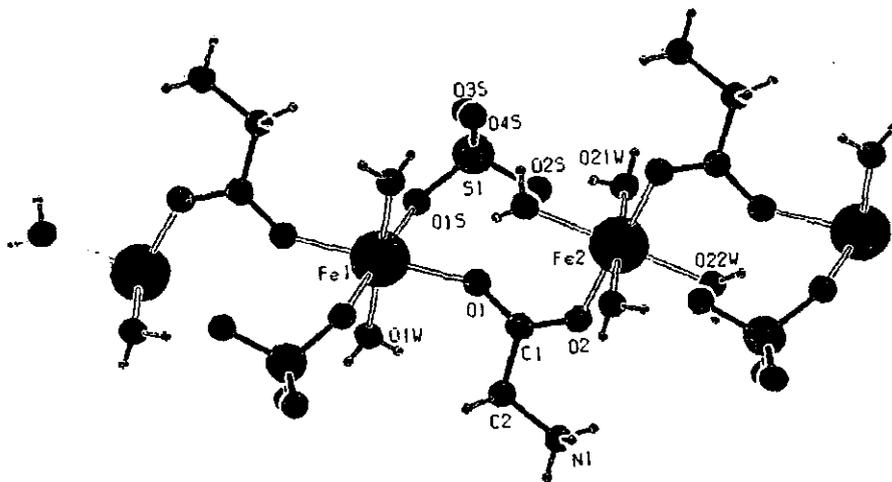


FIG. 8

FIG. 9



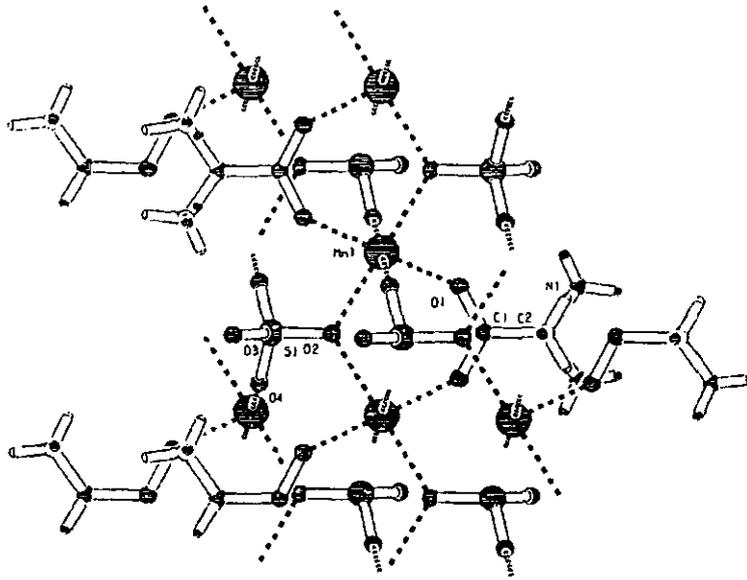


FIG. 10

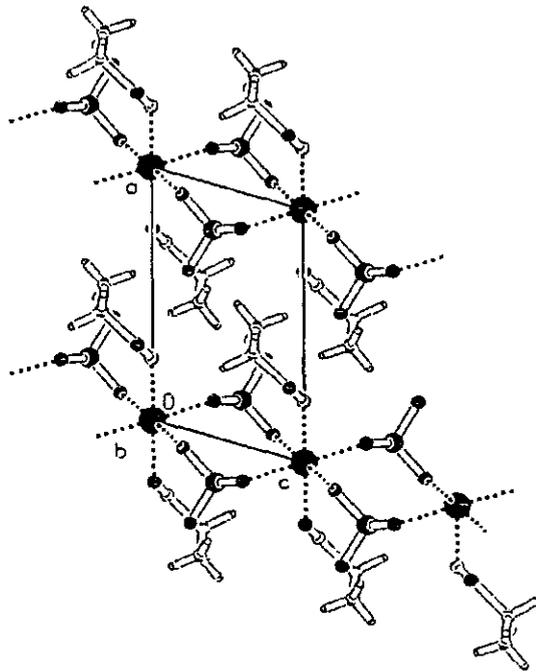


FIG. 11

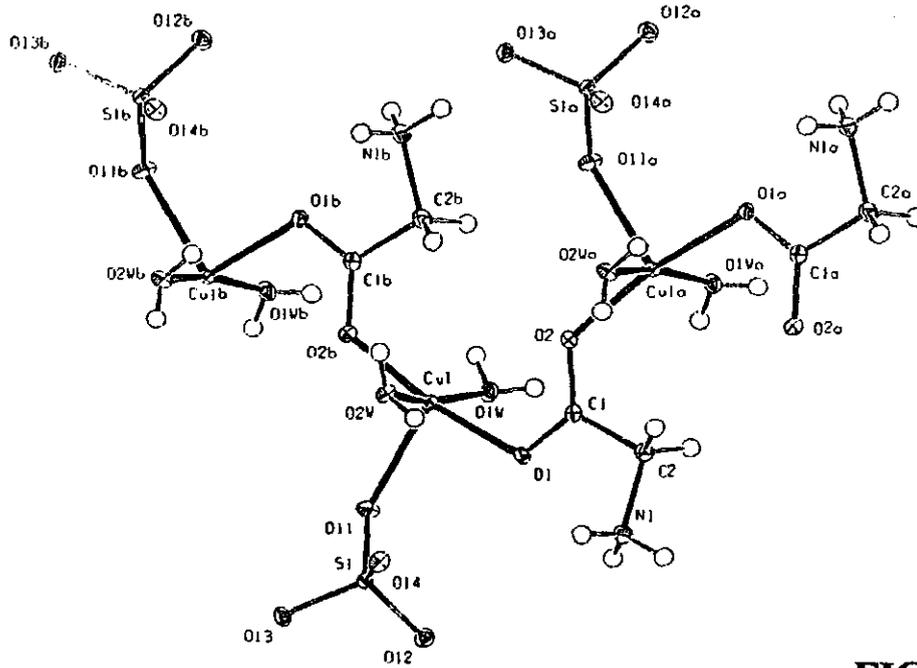


FIG. 12

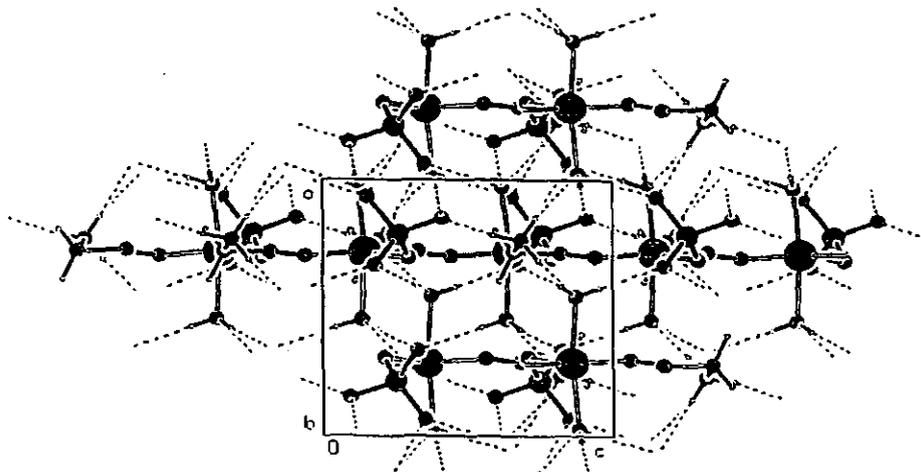


FIG. 13

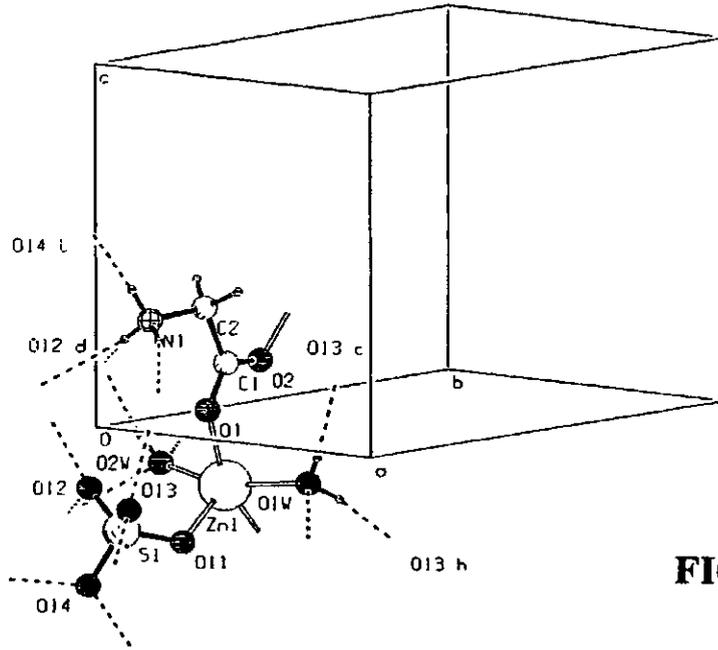


FIG. 14

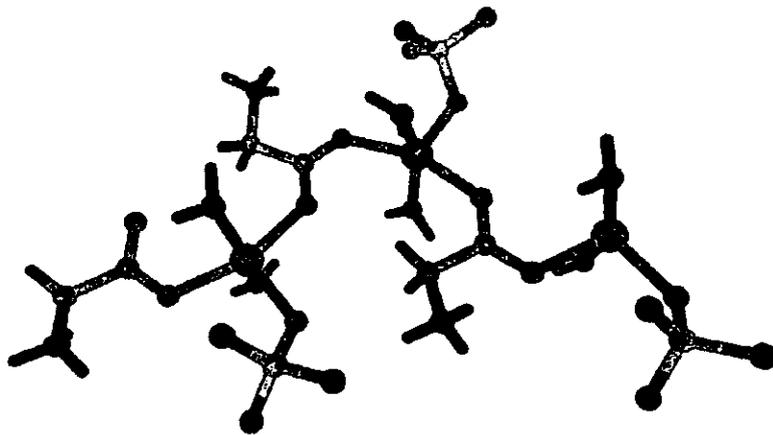


FIG.15

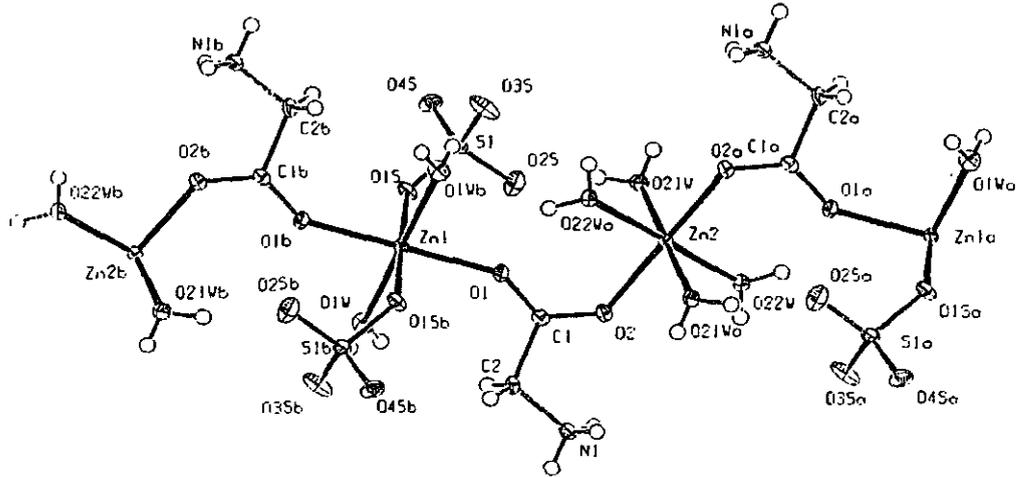


FIG.18

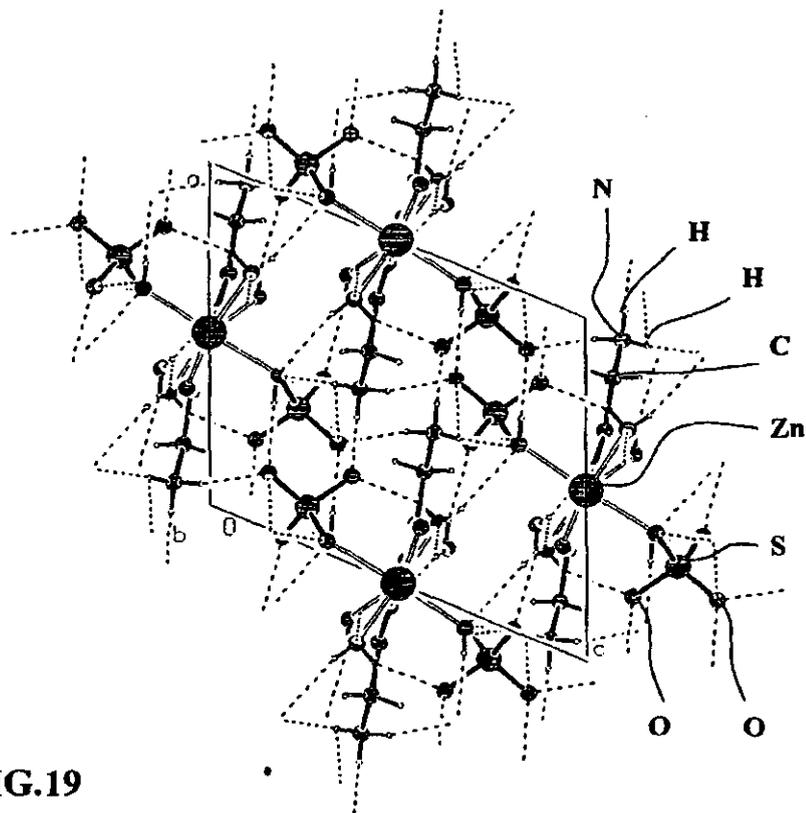


FIG.19