

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 436 602**

51 Int. Cl.:

C12N 9/98 (2006.01)

C11D 3/386 (2006.01)

A23K 1/165 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.07.2000 E 00943685 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.09.2013 EP 1198562**

54 Título: **Proceso para la preparación de un gránulo que contiene enzimas**

30 Prioridad:

09.07.1999 DK 100099

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

03.01.2014

73 Titular/es:

**NOVOZYMES A/S (100.0%)
KROGSHÖJVEJ 36
2880 BAGSVAERD, DK**

72 Inventor/es:

**MARCUSSEN, ERIK y
PEDERSEN, CHRISTIAN**

74 Agente/Representante:

TOMAS GIL, Tesifonte Enrique

ES 2 436 602 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

Proceso para la preparación de un gránulo que contiene enzimas

5 CAMPO DE LA INVENCION

[0001] La presente invención se refiere a un proceso mejorado para preparar una preparación enzimática granulada seca y a productos obtenibles por tal proceso. La preparación enzimática granulada tiene, a través de un tamaño de gránulo controlable, una aplicabilidad extendida y puede mostrar propiedades ventajosas en un número de aplicaciones industriales tales como incorporación del gránulo en una composición de alimentación o de cocción.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

[0002] El uso industrial de enzimas, sobre todo enzimas de origen microbiano, se ha hecho cada vez más común. Las enzimas se usan en numerosas industrias, incluyendo, por ejemplo, la industria de tratamiento de almidón, la industria alimenticia/de alimentación y la industria de detergentes.

[0003] Desde la introducción de enzimas en las aplicaciones industriales se ha dedicado mucho esfuerzo a mejorar la calidad de productos enzimáticos por ejemplo aplicando uno de una variedad de tecnologías conocidas para formular una preparación enzimática seca cada una con sus características especiales. Tales formulaciones pueden mejorar una variedad de parámetros de calidad importantes para el valor de la preparación enzimática. Parámetros tales como propiedades del polvo, solubilidad, estabilidad enzimática per se, estabilidad enzimática en una matriz, propiedades de flujo, color, olor, pureza de la proteína enzimática, distribución del tamaño de las partículas, homogeneidad, densidad en masa y estabilidad de granulación son importantes parámetros de calidad para productos de enzima seca.

[0004] Tecnologías de formulación conocida incluyen

- productos secados por atomización, donde una solución que contiene una enzima líquida se atomiza en una torre de secado por atomización para formar gotitas pequeñas que durante su bajada de la torre de secado se secan hasta formar una material particulado que contiene enzimas. Partículas muy pequeñas se pueden producir de esta manera (Michael S. Showell (editor); Powdered detergents; Surfactant Science Series; 1998; vol. 71; page 140-142; Marcel Dekker).

- productos estratificados, donde la enzima está recubierta como una capa alrededor de una partícula de núcleo preformado, donde una solución que contiene enzimas es atomizada, típicamente en un equipo de lecho fluido donde las partículas de núcleo preformado son fluidificadas, y la solución que contiene enzimas se adhiere a las partículas de núcleo y se seca hasta dejar una capa de enzima seca en la superficie de la partícula de núcleo. Partículas de un tamaño deseado se pueden obtener de esta manera si se encuentran partículas de núcleo útiles del tamaño deseado. Este tipo de producto está descrito por ejemplo en la publicación WO 97/23606.

- otro tipo de producto es conocido donde se aplica una partícula de núcleo absorbente, y más que recubrir la enzima como una capa alrededor del núcleo, la enzima se absorbe sobre y/o en la superficie del núcleo. Tal proceso está descrito en el documento WO 97/39116.

- productos de extrusión o aglomerados, donde una enzima que contiene pasta se prensa para formar gránulos o bajo presión se extrude a través de una abertura pequeña y se corta en partículas que se secan posteriormente. Tales partículas normalmente tienen un tamaño considerable debido a que el material en el que se hace la abertura de extrusión (normalmente una placa con agujeros perforados) establece un límite en la caída de presión admisible sobre la abertura de extrusión. Presiones de extrusión también altísimas cuando se usa una abertura pequeña aumentan la generación de calor en la pasta enzimática que es nociva para la enzima. (Michael S. Showell (editor); Powdered detergents; Surfactant Science Series; 1998; vol. 71; page 140-142; Marcel Dekker)

- productos comprimidos, donde un polvo enzimático se suspende en cera fundida y la suspensión es pulverizada, por ejemplo a través de un atomizador de disco rotativo, en una cámara de enfriamiento donde las gotitas rápidamente solidifican (Michael S. Showell (editor); Powdered detergents; Surfactant Science Series; 1998; vol. 71; page 140-142; Marcel Dekker).

- productos de granulación mezcladora, donde un líquido que contiene enzimas se añade a una composición en polvo seca de componentes de granulación convencionales. El líquido y el polvo en una proporción adecuada se mezclan y como la humedad del líquido se absorbe en el polvo seco, los componentes del polvo seco empezarán a adherirse y aglomerarse y las partículas se desarrollarán formando gránulos que comprenden la enzima. Tal proceso está descrito en 4,106,991 (NOVO NORDISK) y los documentos relacionados EP 170360 B1 (NOVO NORDISK), EP 304332 B1 (NOVO NORDISK),

EP 304331 (NOVO NORDISK), WO 90/09440 (NOVO NORDISK) y WO 90/09428 (NOVO NORDISK). La invención descrita aquí, pertenece preferiblemente a esta clase de preparaciones enzimáticas granuladas secas.

5 [0005] En muchas aplicaciones de este tipo de productos enzimáticos, una propiedad importante de un gránulo enzimático es el tamaño y/o la distribución de tamaño del gránulo ya que más frecuentemente la aplicación de un gránulo enzimático implica mezclar los gránulos con otros productos secos, por ejemplo detergente, cebo o composiciones de harina. El uso de un gránulo enzimático de un tamaño apropiado en tales composiciones puede proporcionar una distribución más homogénea del gránulo enzimático en la composición y una menor tendencia a la separación de gránulos enzimáticos de los otros componentes de la composición cuando se almacenan en tales composiciones. Si los gránulos enzimáticos no poseen la distribución de tamaño apropiado en comparación con la composición en la que son usadas se observa frecuentemente que los gránulos enzimáticos en el almacenamiento prolongado de gránulos enzimáticos o la manipulación de la composición se concentran en partes específicas o estratos de la composición, por ejemplo cerca del fondo o parte superior de la retención de contenedor la composición. No obstante, la producción de gránulos enzimáticos consiste en delicados procesos frecuentemente empíricos diseñados para proporcionar los gránulos con un rango de propiedades deseadas como se ha mencionado anteriormente, y normalmente un tamaño deseado de gránulo enzimático puede no ser elegido a voluntad, sin cambiar y/o deteriorar otras propiedades deseadas de los gránulos. Típicamente en unos gránulos de proceso de granulación con un rango de distribución de tamaño amplio se producen por ejemplo de 100 μm a 2000 μm que es indeseable, ya que puede haber diferencia significativa en las propiedades de los gránulos más pequeños en comparación con los gránulos más grandes. Por supuesto puede ser posible obtener una fracción granulométrica específica de un gránulo enzimático por tamizado del producto a un tamaño apropiado, pero este es un proceso no deseado ya que el producto que se encuentra fuera del rango de tamaño deseado tendría que ser descartado o reprocesado. Sería mucho más ventajoso si el producto obtenible directamente del proceso poseyera un tamaño y distribución de tamaño deseados.

25 [0006] En las descripciones previamente mencionadas en lo que se refiere productos de granulación mezcladora, los gránulos están descritos con un diámetro medio preferiblemente entre 2 y 1000 μm . No obstante, el tamaño de gránulo medio mínimo que se consigue en la práctica es 390 μm (ejemplo 1 en EP 304332 B1) y donde más del 77% de los gránulos tienen un tamaño mayor de 300 μm . El documento WO 98/54980 (GIST BROCADES) también describe un gránulo que contiene una enzima que incluye un polímero de carbohidrato comestible y agua con un tamaño entre 100 y 2000 μm . Nuevamente no obstante, todos gránulos ejemplificados tienen un diámetro de partícula media de al menos 480 μm . Este gránulo es posteriormente descrito como libre de jabón, detergentes y blanqueador o compuestos de blanqueador, zeolitas, ligantes y productos de relleno, tales como TiO_2 , caolín, talco silicatos etc.

35 [0007] Otros documentos pertinentes son EP 321481 B1 (GIST BROCADES) que describen microgránulos compuestos por un material biológico por ejemplo una enzima inmovilizada en un material gelificable o gelificado tal como k-carrajenano, ácido algínico, celulosa o sus derivados. El microgránulo que tiene un tamaño preferido de 50-500 μm es recubierto con un revestimiento que es insoluble en soluciones ácidas pero soluble en álcali o soluciones intestinales. El documento EP 257 996 B1 (CULTOR) se refiere a una composición de premezcla enzimática que comprende un portador granular tal como harina de trigo y menos de un 10% agua. Este no obstante no es un producto granulado. EP 168 526 B1 (HENKEL) divulga gránulos que contienen enzimas de un tamaño entre 100-2000 μm donde la cantidad de gránulos menores de 100 μm constituye menos del 0,2% p/p de los gránulos. Los gránulos comprenden además de proteasa/amilasa, también zeolita cristalina, un almidón hinchable en agua, carboximetilcelulosa o polietilenglicoles y sales inorgánicas. El documento WO 92/11347 (HENKEL) describe un gránulo que contiene una enzima preparado por extrusión de un tamaño entre 100-2000 μm que comprende enzima, un almidón hinchable en agua, agentes de granulación, un polímero soluble en agua, sales, agua y harina de cereal. El documento WO 97/42837 (HOECHST) divulga un gránulo que contiene enzimas preparado por mezcla a alta velocidad que comprende enzima, agentes de granulación y una harina de cereal. Los gránulos obtenidos a partir de este proceso tienen un tamaño preferido de 50-800 μm , ya que los gránulos menores de 50 μm y mayores de 800 μm se eliminan en un secador de lecho fluidizado. Además los documentos WO 97/43482 (GENENCOR) y WO 97/42839 (GENENCOR) describen un método para producir un gránulo de mezclador de alto cizallamiento con 75-99,9 partes de una harina orgánica tratada con vapor súper calentado con un grado de trituración de 30-100% al igual que enzima y opcionalmente agentes de granulación auxiliares.

55 [0008] En el campo de la tecnología de granulación mezcladora, hemos desarrollado un proceso que proporciona un control mejorado del tamaño y/o distribución de tamaño de los productos de granulación mezcladora resultantes que contienen enzimas. Añadiendo un componente particulado de un tamaño adecuado con un diámetro menor que el diámetro del gránulo final a un proceso de granulación mezcladora convencional (es decir, incorporación de enzimas y componentes de granulación convencionales), los gránulos pueden ser construidos para que el tamaño y/o distribución de tamaño sean al menos parcialmente dependientes o controlados por el tamaño y propiedades del componente particulado adicionado. Por consiguiente en un primer aspecto, la invención proporciona:

60 [0009] Un proceso para producción de un gránulo de granulación mezcladora que contiene enzimas seca que comprende el paso de adición de un componente particulado al proceso de granulación mezcladora, donde el componente particulado

constituye menos de 75 partes del gránulo final y las partículas del componente particulado tienen un tamaño medio superior a 40 µm en su dimensión más larga.

5 [0010] Conforme a este primer aspecto, un segundo aspecto de la invención se refiere a un producto enzimático granulado obtenible del proceso mencionado anteriormente y a gránulos que contienen enzimas que contienen al menos dos partículas del componente particulado del primer aspecto.

[0011] En otros aspectos la invención proporciona

10 - una composición alimentaria que comprende el producto enzimático granulado anteriormente mencionado.

- una composición de harina y/o cocción y/o de masa que comprende el producto enzimático granulado anteriormente mencionado.

15 - una composición de detergente que comprende el producto enzimático granulado anteriormente mencionado.

Y a métodos de su uso.

DESCRIPCIÓN DEL DIBUJO

20

[0012]

La figura 1 representa un ejemplo de un gránulo de la invención. En la figura, A es el componente particulado, B son los componentes de granulación convencionales incluyendo enzimas y C es un recubrimiento opcional.

25

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

[0013] Como se describe, véase arriba, hemos desarrollado un proceso de granulación mezcladora que proporciona un control mejorado del tamaño y/o distribución de tamaño de los productos resultantes de granulación mezcladora que contienen enzimas (gránulos). Añadiendo un componente particulado de un tamaño adecuado con un diámetro menor que el diámetro del gránulo final, a un proceso de granulación mezcladora convencional (es decir, incorporación de enzimas y componentes de granulación convencional), los gránulos pueden ser construidos cuyo tamaño y/o distribución de tamaño serán al menos parcialmente dependientes o controlados del tamaño y propiedades del componente particulado adicionado. Una ventaja de la presente invención es que el control mejorado del tamaño de un gránulo de mezclador final como proporcionado por el proceso de la invención baja la necesidad de otros procesamientos del gránulo tales como tamizado, separación y/o recirculación de gránulos-T de dimensiones diferentes. También, el proceso de la invención proporciona la producción de gránulos con un tamaño medio inferior que se pueden conseguir utilizando los procesos de granulación mezcladora convencional conocidos por la técnica.

30

35

40

Definiciones

[0014] Debe entenderse que el término "granulación mezcladora" representa una tecnología de granulación, donde un líquido se añade a una composición en polvo seca y mediante la mezcla estos gránulos de componentes son construidos por aglomeración del sólido en el polvo y el líquido. El equipamiento mezclador es un equipamiento convencional mezclador tal como mezcladores de alto cizallamiento o mezcladores de alto cizallamiento intensivos o todos los otros tipos de mezcladores conocidos en la técnica. El equipamiento de mezcla puede ser un mezclador de lotes o una mezcladora continua, tal como un mezclador de convección [véase, por ejemplo, Harnby et al., *Mixing in the Process Industries*, pp. 39-53 (ISBN 0-408-11574-2)]. El equipamiento de mezcla no convectivo, por ejemplo, mezcladores de tambor giratorio o los denominados molinos granuladores, también puede ser empleado.

45

50

[0015] Debe entenderse que el término "tamaño" de partículas o gránulos cubre el diámetro de una partícula o gránulo medido en la dimensión más larga de la partícula o gránulo. También el "tamaño medio" de las partículas o gránulos debe ser entendido como el diámetro medio de las partículas o gránulos medidos en la dimensión más larga de las partículas o gránulos. Los términos "partículas" y "gránulos" se deben entender como predominantemente esféricas o cerca de la estructura esférica de un tamaño macromolecular a diferencia del término "fibra" que debe ser entendido como una estructura macromolecular tipo barra o rosca con una dimensión donde la longitud de la estructura excede inmensamente la anchura de la estructura. Las partículas esféricas deberían preferiblemente tener una proporción, (a):(b), entre el diámetro en la dimensión más corta (a) y el diámetro en la dimensión más larga (b) de la partícula de entre 1:1 a 1:5, preferiblemente entre 1:1 a 1:3.

55

60

[0016] Debe entenderse que el término "componentes de granulación convencionales" cubre los sólidos de un tamaño

medio que es inferior a 40 µm en su dimensión más larga, opcionalmente en combinación con fibras tales como fibras celulósicas. Normalmente estos polvos son sólidos que han sido finamente molidos para obtener pequeños tamaños de partícula para conseguir las propiedades del polvo adecuadas para un proceso de granulación mezcladora convencional.

5 [0017] La "distribución de tamaño" (PSD) de la partícula o gránulo se puede expresar en cuanto al diámetro medio de masa de las partículas individuales. Un diámetro de masa media de D50 es el diámetro en el que el 50% de los gránulos, por masa, tienen un diámetro más pequeño, mientras que el 50% por masa tienen un diámetro más grande. Los valores D10 y D90 son los diámetros en los que el 10% y el 90% de los gránulos, respectivamente, por masa, tienen un diámetro más pequeño que el valor en cuestión. El "span" indica el ancho del PSD y es expresado como

$$(D90 - D10) / D50.$$

10 [0018] Para fines de la presente invención, la distribución de tamaño de partícula o gránulo es normalmente tan estrecho como sea posible. El span de un producto de granulado según la invención es por lo tanto típicamente inferior a aproximadamente 2,5, preferiblemente inferior a aproximadamente 2,0, más preferiblemente inferior a aproximadamente 1,5, y de la forma más preferible inferior a aproximadamente 1,0.

El componente particulado

20 [0019] El componente particulado de la invención puede ser cualquier material particulado adecuado para la granulación mezcladora. Por supuesto como se describe, *infra*, los componentes de granulación convencional usados para la construcción del gránulo están normalmente también en una forma granulada, pero para conseguir gránulos de un tamaño deseado para muchas aplicaciones, el componente particulado debería tener un tamaño medio significativamente más grande que las partículas de los componentes de granulación convencional y aún más pequeño que el tamaño del gránulo final. La aplicación de tales partículas habilita un proceso de granulación mezcladora en el que un tamaño de gránulo medio bajo de los gránulos finales puede ser obtenidos. Por consiguiente se piensa que el desarrollo de gránulos es comparable con una construcción tipo "ladrillo y mortero", donde las partículas del componente particulado constituyen los ladrillos y los componentes de granulación convencionales el mortero.

30 [0020] El tamaño medio de partícula del componente particulado es como se ha dicho anteriormente, al menos 40 µm, más preferido al menos 60 µm tal como al menos 80 µm, por ejemplo al menos 100 µm. Algunos componentes granulados útiles pueden ser incluso más grandes por ejemplo tener un tamaño medio de partícula de al menos 140 µm o incluso al menos 200 µm. Dependiendo del límite de tamaño superior deseado del gránulo final el componente particulado puede tener cualquier tamaño medio superior a 40 µm mientras sea más pequeño que el tamaño medio deseado del gránulo de mezclador final.

35 [0021] En una forma de realización preferida, el componente particulado tiene un tamaño, que habilita que el gránulo final contenga al menos dos partículas del componente particulado con un tamaño medio superior a 40 µm en su dimensión más larga, y preferiblemente el diámetro medio del componente particulado en su dimensión más larga es inferior a la mitad del diámetro medio del gránulo final en su diámetro más largo. Más preferiblemente el gránulo final contiene más de tres, más de cuatro, más de cinco o más de seis partículas del componente particulado tal como 3-15 partículas del componente particulado

40 [0022] Para proporcionar incluso un control más mejorado del tamaño medio del gránulo final se puede desear usar un componente particulado que tenga una distribución de tamaño de partícula estrecha. Por consiguiente, se prefiere usar un componente particulado para que al menos un 80% p/p de las partículas tengan un tamaño en el rango de más o menos 40%, por ejemplo más o menos 30% o más o menos 20% del tamaño medio del componente particulado. Más preferido, el componente particulado reúne los requisitos anteriormente mencionados de valores SPAN para los gránulos finales. Es decir, con un valor SPAN inferior a aproximadamente 2,5, preferiblemente menos de aproximadamente 2,0, más preferiblemente menos de aproximadamente 1,5, y de la forma más preferible menos de aproximadamente 1,0. Es apropiado, en el método según la invención, usar harinas vegetales que se obtienen por trituración de granos de cereal. Los cereales que pueden servir como fuentes de harina dentro del campo de la invención son especialmente trigo o centeno, pero cebada, avena, arroz y maíz, al igual que sorgo y otros tipos de mijo también pueden usarse. Aunque el alforfón mismo no es un cereal (es un césped de nudo), sus partes de producción de harina tipo fabuco pueden asimismo ser usadas como fuente de harina dentro del campo de la invención. En una variación particular de la invención las legumbres pueden servir como una fuente de harina. Un compuesto granulado preferido es una harina a base de trigo tal como el producto disponible comercialmente Farigel (Farigel de Ble F1100, WestHove, Francia). La harina vegetal de la invención ha sido sometida preferiblemente a un tratamiento de vapor por ejemplo con vapor sobrecalentado seco con una temperatura de aproximadamente 100°C a aproximadamente 110°C a presión casi normal hasta una baja sobrepresión (p. ej., sobrepresión de 0,8 a 1,2 bar sobre presión) y un tiempo de tratamiento (periodo de permanencia en el equipo de tratamiento de vapor sobrecalentado ha descrito abajo) de hasta aproximadamente 1 hora. El vapor sobrecalentado seco es un vapor insaturado

y sobrecalentado, que se puede obtener en la vía convencional por sobrecalentamiento y eliminación del posible condensado de agua o por expansión del vapor de alta presión. El componente particulado de la invención se distingue por el tratamiento de vapor que se hace después de la trituración de la fuente de harina vegetal, es decir en el componente particulado preparado listo para ser usado en el proceso de granulación mezcladora. Las ventajas del uso de un componente particulado tratado con vapor es, por supuesto, que este reduce el número de bacterias u hongos presentes en el componente particulado que pueden causar crecimiento microbiano en el producto, pero más importante el componente particulado será completamente o parcialmente gelatinizado. Gelatinizando se mejora la integridad de las partículas así no desintegran, disuelven o se vuelven dispersas en el proceso de granulación, pero mantienen sus características granulosas. El tratamiento de vapor del compuesto granuloso puede por ejemplo ocurrir mientras se utiliza una tolva cónica que se vuelve más amplia hacia el fondo, que se equipa con una o más boquillas de anillo para conductos de vapor para la introducción del vapor sobrecalentado seco. La tolva puede intermitentemente o continuamente ser suministrada con la fuente de harina, por ejemplo a través de transportadores roscados y evacuados a través de transportadores de tornillo calentados.

15 **Los componentes de granulación convencionales**

[0023] Los componentes de granulación convencional tal y como se mencionan, *supra*, son componentes conocidos como útiles para la producción de productos de granulación mezcladora convencional, por ejemplo como se describe en el documento US 4,106,991, que es por la presente incorporada por referencia. Como dicho, *supra*, se piensa que el desarrollo de granulos de la invención es comparable con una construcción tipo "ladrillo y mortero" de construcción donde los componentes de granulación convencional son el mortero. Los componentes de granulación convencional pueden incluir pero no se limitan a:

a) productos de relleno tales como productos de relleno convencionalmente usados en el campo de granulación por ejemplo sales inorgánicas insolubles y/o solubles en agua tales como sulfato alcalino finamente molido, carbonato alcalino y/o cloruro alcalino) arcillas tales como caolín (p. ej. Speswhite™, English China Clay), bentonitas, talcos, zeolitas, y/o silicatos.

b) ligantes tales como ligantes convencionalmente usados en el campo de granulación por ejemplo ligantes con un punto de fusión alto o sin punto de fusión y de una naturaleza no cerosa por ejemplo polivinil pirrolidona, dextrinas, polivinil alcohol, derivados químicos de la celulosa, por ejemplo hidroxipropilcelulosa, metilcelulosa o CMC. Un ligante adecuado es un ligante de carbohidrato tal como Glucidex 21D disponible de Roquette Freres, Francia.

c) materiales de fibra tales como fibras convencionalmente usadas en el campo de granulación. Celulosa impura o pura en forma fibrosa puede ser serrín, celulosa fibrosa pura, algodón u otras formas de celulosa fibrosa impura o pura. También, ayudantes de filtración basados en celulosa fibrosa se pueden usar. Diferentes marcas de celulosa en forma fibrosa están en el mercado, por ejemplo CEPO y ARBOCELL. En una publicación de Svenska Trämjolsfabrikerna AB, "Cepo Cellulose Powder" se declara que para celulosa Cepo S/20 la longitud aproximada de fibra máxima es 500 µm, la longitud aproximada de fibra media es 160 µm, la anchura de fibra máxima aproximada es 50 µm y la anchura de fibra media aproximada es 30 µm. También, se declara que la celulosa Cepo SS/200 tiene una longitud de fibra máxima aproximada de 150 µm, una longitud de fibra media aproximada de 50 µm, una anchura de fibra máxima aproximada de 45 µm y una anchura de fibra media aproximada de 25 µm. Fibras celulósicas con estas dimensiones son muy adecuadas para el propósito de la invención. Las palabras "Cepo" y "Arbocel" son marcas comerciales. Una celulosa fibrosa preferida es Arbocel™ BFC200. Las fibras sintéticas también se pueden usar como se describe en el documento EP 304331 B1 y fibras típicas pueden ser hechas de polietileno, polipropileno, poliéster, especialmente nilón, formiato de polivinilo, compuestos poli(met)acrílicos.

d) agentes líquidos tales como los convencionalmente usados en el campo de granulación. Un agente líquido se usa en los procesos de granulación mezcladora convencional para permitir el desarrollo o aglomeración de las partículas de componente de granulado convencional en granulos. El agente líquido es agua y/o una sustancia cerosa. El agente líquido es siempre utilizado en fase líquida en el proceso de granulación pero puede solidificar más adelante; la sustancia cerosa, en caso de estar presente, por lo tanto, está bien disuelta o dispersa en el agua o derretida. Mediante el término "sustancia cerosa" como se utiliza en este caso se entiende una sustancia que posee todas las características siguientes 1) el punto de fusión está entre 30 y 100°C, preferiblemente entre 40 y 60°C, 2) la sustancia es de una naturaleza dura y no frágil, y 3) la sustancia posee un plasticidad determinada a temperatura ambiente. Tanto el agua como la sustancia cerosa son agentes líquidos, es decir, son ambos activos durante la formación de los granulos; la sustancia cerosa permanece como un constituyente en los granulos finales, mientras que la mayoría del agua se elimina durante un paso de secado. Ejemplos de sustancias cerosas son poliglicoles, alcoholes grasos, alcoholes grasos etoxilados, ésteres de mono-, di- y triglicerol de ácidos grasos más altos, por ejemplo monoestearato de glicerol, alquilaril etoxilatos, y monoetanolamida de coco.

Si se usa una cantidad alta de sustancia cerosa, relativamente poca agua debería ser adicionada, y viceversa. Así, el agente líquido puede ser bien sólo agua, sustancia cerosa sólo o una mezcla de agua y sustancia cerosa. Cuando se usa una mezcla de agua y sustancia cerosa, el agua y la sustancia cerosa se pueden adicionar en cualquier secuencia, por ejemplo primero el agua y luego la sustancia cerosa, o primero la sustancia cerosa y luego el agua o una solución o suspensión de la

sustancia cerosa en el agua. También, cuando se usa una mezcla de agua y sustancia cerosa, la sustancia cerosa puede ser soluble o insoluble (pero dispersable) en el agua. Si se usa agua un agente líquido este puede no formar parte del gránulo de mezclador final ya que normalmente la mayor parte del agua se seca en un secado posterior de los gránulos mezcladores.

5

e) agentes de protección o estabilizantes de enzima tales como los convencionalmente usados en el campo de granulación. Los agentes de protección o estabilizantes pueden estar en diferentes categorías: materiales neutros o alcalinos, agentes de reducción, antioxidantes y/o sales de los primeros iones metálicos de la serie de transición. Cada uno de estos se puede utilizar conjuntamente con otros agentes de protección de las mismas categorías o diferentes. Ejemplos de agentes de protección alcalinos son silicatos de metales alcalinos, carbonatos o bicarbonatos que proporcionan un efecto de depuración de sustancias químicas neutralizando activamente por ejemplo oxidantes. Ejemplos de agentes protectores de reducción son las sales de sulfito, tiosulfito o tiosulfato, mientras que ejemplos de antioxidantes son metionina, hidroxitolueno butilado (BHT) o hidroxianisol butilado (BHA). Los agentes más preferidos son las sales de tiosulfatos, por ejemplo tiosulfato de sodio. También estabilizadores enzimáticos pueden ser de boratos, bórax, formiatos, ácidos di- y tricarbónicos e inhibidores enzimáticos reversibles tales como compuestos orgánicos con grupos sulfhidril o ácidos bóricos alquilados o arilados.

10

15

f) agentes de reticulación tales como los convencionalmente usados en el campo de granulación. Los agentes de reticulación pueden ser surfactantes compatibles con enzimas por ejemplo alcoholes etoxilados, especialmente unos con 10 a 80 grupos etoxi.

20

[0024] Además agentes de suspensión, mediadores (para estimular la acción blanqueadora en la disolución del gránulo en por ejemplo una solicitud de lavado o mediadores para enzimas) y/o solventes se pueden incorporar como agentes de granulación convencional.

25

Enzimas

[0025] La enzima en el contexto de la presente invención puede ser cualquier enzima o combinación de diferentes enzimas, que mejoren al ser granulados para ser aplicables para un uso específico. Por consiguiente, cuando se hace referencia a "una enzima" en general será entendido que incluye combinaciones de una o más enzimas.

30

[0026] Debe entenderse que variantes enzimáticas (producidas, por ejemplo, por técnicas recombinantes) se incluyen en el significado del término "enzima". Ejemplos de tales variantes enzimáticas están descritos, por ejemplo, en los documentos EP 251,446 (Genencor), WO 91/00345 (Novo Nordisk), EP 525,610 (Solvay) y WO 94/02618 (Gist-Brocades NV).

35

[0027] La clasificación enzimática empleada en la presente especificación con reivindicaciones está conforme con Recommendations (1992) of the Nomenclature Committee of the International Union of Biochemistry and Molecular Biology, Academic Press, Inc., 1992.

40

[0028] Por consiguiente los tipos de enzimas que pueden apropiadamente ser incorporados en gránulos de la invención incluyen oxidorreductasas (EC 1.-.-.-), transferasas (EC 2.-.-.-), hidrolasas (EC 3.-.-.-), liasas (EC 4.-.-.-), isomerasas (EC 5.-.-.-) y ligasas (EC 6.-.-.-).

45

[0029] Oxidorreductasas preferidas en el contexto de la invención son peroxidasas (EC 1.11.1), lacasas (EC 1.10.3.2) y glucosa oxidasas (EC 1.1.3.4), mientras que transferasas preferidas son transferasas en cualquiera de las siguientes subclases:

a) transferasas que transfieren grupos de un carbono (EC 2.1);

b) transferasas que transfieren residuos de aldehído o de cetona (EC 2.2); aciltransferasas (EC 2.3);

50

c) glicosiltransferasas (EC 2.4);

d) transferasas que transfieren grupos alquilo o arilo, diferentes de grupos de metilo (EC 2.5); y

55

e) transferasas que transfieren grupos nitrogenados (EC 2.6).

[0030] Un tipo más preferido de transferasa en el contexto de la invención es una transglutaminasa (proteína-glutamina γ -glutamyltransferasa; EC 2.3.2.13).

60

[0031] Además ejemplos de transglutaminasas adecuadas están descritos en WO 96/06931 (Novo Nordisk A/S).

[0032] Hidrolasas preferidas en el contexto de la invención son: hidrolasas de éster carboxílico (EC 3.1.1.-) tales como lipasas (EC 3.1.1.3); fitasas (EC 3.1.3.-), por ejemplo 3-fitasas (EC 3.1.3.8) y 6-fitasas (EC 3.1.3.26); glicosidasas (EC 3.2. que se engloban dentro de un grupo denominado aquí como "carbohidrasas"), tales como α -amilasas (EC 3.2.1.1); peptidasas (EC 3.4. también conocidas como proteasas); y otras hidrolasas de carbonilo].

[0033] En el presente contexto, el término "carbohidrasas" se utiliza para indicar no sólo enzimas capaces de romper cadenas de carbohidrato (p. ej. almidones) de especialmente estructuras de anillos de cinco y seis miembros (es decir, glicosidasas, EC 3.2), sino también enzimas capaces de isomerizar carbohidratos, por ejemplo estructuras de anillos de seis miembros tales como D-glucosa a estructuras de anillos de cinco miembros tales como D-fructosa.

[0034] Carbohidrasas de relevancia incluyen las siguiente (números EC en paréntesis):

α -amilasas (3,2,1,1), β -amilasas (3,2,1,2), glucano 1,4- α -glucosidasas (3,2,1,3), celulasas (3,2,1,4), endo-1,3(4)- β -glucanasas (3,2,1,6), endo-1,4- β -xilanasas (3,2,1,8), dextranasas (3,2,1,11), quitinasas (3,2,1,14), poligalacturonasas (3,2,1,15), lisozimas (3,2,1,17), β -glucosidasas (3,2,1,21), α -galactosidasas (3,2,1,22), β -galactosidasas (3,2,1,23), amilo-1,6-glucosidasas (3,2,1,33), xilano 1,4- β -xilosidasas (3,2,1,37), glucano de endo 1,3- β -D-glucosidasas (3,2,1,39), α -dextrina endo-1,6- α -glucosidasas (3,2,1,41), α -glucosidasas de sacarosa (3,2,1,48), glucano endo-1,3- α -glucosidasas (3,2,1,59), glucano 1,4- β -glucosidasas (3,2,1,74), glucano endo-1,6- β -glucosidasas (3,2,1,75), arabinano endo-1,5- α -L-arabinosidasas (3,2,1,99), lactasas (3,2,1,108), chitanasas (3,2,1,132) e isomerasas de xilosa (5,3,1,5).

[0035] Ejemplos de oxidorreductasas disponibles comercialmente (EC 1.-.-.-) incluyen Gluzyne™ (enzima disponible de Novo Nordisk A/S). Ejemplos de proteasas disponibles comercialmente (peptidasas) incluyen Kannase™, Everlase™, Esperase™, Alcalase™, Neutrased™, Durazym™, Savinase™, Pyrase™, Pancreatic Trypsin NOVO (PTN), Bio-Feed™ y Clear-Lens™ (todas disponibles de Novo Nordisk A/S, Bagsvaerd, Dinamarca).

[0036] Otras proteasas disponibles comercialmente incluyen Maxatase™, Maxacal™, Maxapem™, Opticlean™ y Purafect™ (disponibles de Genencor International Inc. o Gist-Brocades).

[0037] Ejemplos de lipasas disponibles comercialmente incluyen Lipoprime™, Lipolase™, Lipolase™ Ultra, Lipozyme™, Palatase™, Novozym™ 435 and Lecitase™ (todas disponibles de Novo Nordisk A/S).

[0038] Otras lipasas disponibles comercialmente incluyen Lumafast™ (lipasa de *Pseudomonas mendocina* de Genencor International Inc); Lipomax™ (lipasa de *Ps. pseudoalcaligenes* de Gist-Brocades/Genencor Int. Inc.; y lipasa *Bacillus* sp. de Solvay enzymes.

[0039] Ejemplos de carbohidrasas disponibles comercialmente incluyen Alpha-Gal™, Bio-Feed™ Alpha, Bio-Feed™ Beta, Bio-Feed™ Plus, Bio-Feed™ Plus, Novozyme™ 188, Celluclast™, Cellusoft™, Ceremy™, Citrozym™, Denimax™, Dezyme™, Dextrozyme™, Finizym™, Fungamyl™, Gamanase™, Glucanex™, Lactozym™, Maltogenase™, Pentopan™, Pectinex™, Promozyme™, Pulpzyme™, Novamyl™, Termamyl™, AMG™ (Amyloglucosidase Novo), Maltogenase™, Sweetzyme™ y Aquazym™ (todas disponibles de Novo Nordisk A/S). Además carbohidrasas están disponibles de otros proveedores.

[0040] La cantidad de enzima que se debe incorporar en un gránulo de la invención dependerá del uso destinado del granulado. Para muchas aplicaciones, el contenido enzimático será lo más alto posible o practicable.

[0041] El contenido de enzima (calculado como proteína enzimática pura) en un gránulo de la invención típicamente estará en el rango de aproximadamente 0,5% a 50% en peso del gránulo que contiene enzimas.

[0042] Cuando, por ejemplo, una proteasa (peptidasa) se incorpora en gránulos según la invención, la actividad enzimática (actividad proteolítica) de los gránulos finales típicamente estará en el rango de 1-20 KNPU/g. Esta unidad para actividad de proteasa es Unidades Kilo Novo de proteasa por gramo de muestra (KNPU/g). La actividad se determina relativamente a un estándar enzimático de actividad conocida en KNPU/g. El estándar enzimático se estandariza mediante la medida para una cantidad dada de enzima del índice de formación ($\mu\text{mol}/\text{minute}$) de grupos amino libres liberados de la digestión de dimetilcaseína (DMC) en la solución por la enzima. El índice de formación se monitoriza registrando el desarrollo lineal de absorbancia a 420 nm de la reacción simultánea entre los grupos amino libres formados y el ácido 2,4,6-trinitrobenzenosulfónico adicionado (TNBS). La digestión de DMC y la reacción de color se realiza a 50°C a un pH 8,3 tampón de ácido bórico con un tiempo de reacción de 9 min seguido de un tiempo de medida de 3 min. Un fichero AF 220/1 está disponible bajo pedido a Novo Nordisk A/S, Dinamarca, este fichero es por la presente incluido por referencia.

[0043] Asimismo, en el caso de, por ejemplo, α -amilasas, una actividad de 10-500 KNU/g será típica. La actividad se

determina relativamente a un estándar enzimático de actividad conocida en KNU/g. El estándar enzimático se estandariza por medida para una cantidad dada de enzima del índice de formación ($\mu\text{mol/minute}$) de 2-cloro-4-nitrofenol liberado de la digestión del sustrato 2-cloro-4-nitrofenil-b-D-maltoheptaósido por la enzima y las enzimas auxiliares alfa- y beta-glucosidasa en la solución. Equipos para realizar ensayos de α -amilasa están disponibles comercialmente. Una descripción de un ensayo de α -amilasa se puede encontrar en el folleto AF318/1-GB disponible bajo pedido de Novo Nordisk A/S, Dinamarca. Para por ejemplo lipasas, una actividad en el rango de 50-400 KLU/g normalmente será adecuada.

[0044] Normalmente la enzima será aplicada al proceso de granulación como un líquido que contiene enzimas. El líquido que contiene enzimas se puede aplicar como un producto purificado en el que la enzima está disuelta o dispersa como proteína amorfa y/o cristalina en un líquido acuoso en forma de un concentrado enzimático o el líquido que contiene enzimas puede estar en forma de un caldo de fermentación. El agua en el líquido se puede utilizar como un agente líquido para el proceso de granulación (supra).

El proceso de granulación mezcladora

[0045] El proceso de la invención de granulación mezcladora se puede conducir de manera convencional, preferiblemente un proceso de granulación de mezcla de corte alto, tal como está descrito en el documento US 4,106,991 por ejemplo en el ejemplo 1, donde componentes de granulación convencionales, como una composición de sólido seco, se pone en contacto con un agente líquido convencional y se mezcla en un mezclador de granulación convencional como se describe anteriormente, la cantidad de líquido está en tal cantidad que el gránulo será formado o desarrollado. La enzima puede bien estar presente en la forma seca como una parte de la composición del sólido seco o se puede contener en el líquido en una forma disuelta o dispersa en el líquido como partículas de proteína amorfa y/o cristalina. Tal gránulo está en la técnica conocida por ejemplo como los denominados gránulos-T tal como se describen en el documento US 4,106,991. La invención se distingue mediante la inclusión del componente particulado de la invención en el proceso.

[0046] El componente particulado de la invención se puede adicionar al proceso bien antes de la adición del líquido (añadido a una composición de sólido seco de los agentes de granulado convencionales), que se prefiere o puede ser adicionado durante la mezcla del líquido y los otros agentes de granulación convencionales, pero antes de que los gránulos hayan iniciado su desarrollo (es decir, el componente particulado se puede adicionar cuando la mezcla de líquido y otros componentes de granulación convencional esté en forma de un polvo mojado. Después de que los gránulos hayan sido formados o contruidos normalmente se secan y opcionalmente se recubren con un recubrimiento de protección, por ejemplo por métodos convencionales en un secador de lecho fluidizado. El secado y revestimiento del gránulo que contiene enzimas se puede realizar en cualquier tipo de equipamiento de fluidificación (tal como en un equipo de secado de lecho fluidizado u otra forma de equipamiento de fluidificación, tal como un fluidificador tipo Hüttlin). Para una descripción de equipamiento de lecho fluido adecuado, véase, por ejemplo, Harnby et al., *Mixing in the Process Industries*, pp. 54-77 (ISBN 0-408-11574-2).

[0047] Por consiguiente la invención abarca un proceso para la producción de un gránulo de mezclador que contiene enzimas que incluye las etapas de:

a) añadir menos de 75 de 100 partes de un componente particulado con un tamaño medio superior a $40\ \mu\text{m}$ en su dimensión más larga hasta más de 25 de 100 partes de una enzima y componentes de granulación convencionales y mezclar estos ingredientes para formar un gránulo que contiene una enzima,

b) secar los gránulos y

c) opcionalmente recubrir los gránulos

[0048] Métodos de recubrimiento convencional se pueden utilizar para aplicar el recubrimiento según la invención como se describe en las referencias declaradas en la sección precedente (arriba).

[0049] El recubrimiento puede preferiblemente ser aplicado por métodos convencionales en un mezclador mediante la mezcla del gránulo no revestido con los materiales de recubrimiento. En otra forma de realización específica de la invención el recubrimiento se aplica en un proceso de lecho fluido comprendiendo:

a) fluidificación de un gránulo de mezclador que contiene enzimas en un equipo de lecho fluido,

b) introducción de un medio líquido que comprende el(los) material(es) de recubrimiento por atomización del medio líquido en el lecho fluido, para depositar componentes no volátiles del medio líquido como una capa de recubrimiento sólido en el material de núcleo y,

c) eliminación de los componentes volátiles del medio líquido del gránulo recubierto.

Recubrimientos

5 [0050] Los gránulos mezcladores obtenidos en el proceso de la invención pueden opcionalmente, pero preferiblemente, ser recubiertos con uno o más estratos de recubrimiento para proporcionar otras propiedades mejoradas al gránulo. Recubrimientos convencionales como se conocen por la técnica pueden adecuadamente ser usados, tales como los recubrimientos descritos en los documentos WO 89/08694, WO 89/08695, 270 608 B1 y/o PA 1998 00876 (solicitud danesa de prioridad inédita a la fecha de prioridad de esta invención). Otros ejemplos de materiales de recubrimiento
10 convencionales se pueden encontrar en los documentos US 4,106,991, EP 170360, EP 304332, EP 304331, EP 458849, EP 458845, WO 97/39116, WO 92/12645A, WO 89/08695, WO 89/08694, WO 87/07292, WO 91/06638, WO 92/13030, WO 93/07260, WO 93/07263, WO 96/38527, WO 96/16151, WO 97/23606, US 5,324,649, US 4,689,297, EP 206417, EP 193829, DE 4344215, DE 4322229 A, DD 263790, JP 61162185 A y/o JP 58179492.

15 [0051] En una forma de realización particular el recubrimiento puede comprender cantidades menores de un agente de protección capaz de reaccionar con uno de los componentes capaces de inactivar (que son hostiles para) la enzima que entra en el gránulo de una matriz circundante, es decir antes de que los componentes entren en contacto e inactiven la enzima. El agente de protección puede así por ejemplo ser capaz de neutralizar, reducir o de otra manera reaccionar con el componente haciéndolo inocuo para la enzima. Componentes típicos capaces de inactivar la enzima son oxidantes tales
20 como perboratos, percarbonatos, perácidos orgánicos y similares.

[0052] Los agentes de protección se pueden agrupar en diferentes categorías: materiales neutros o alcalinos, agentes de reducción, antioxidantes y/o sales de los primeros iones metálicos de la serie de transición. Cada uno de estos se puede utilizar conjuntamente con otros agentes de protección de las mismas categorías o diferentes. Ejemplos de agentes de
25 protección alcalinos son silicatos de metales alcalinos, carbonatos o bicarbonatos que proporcionan un efecto de depuración de sustancias químicas por neutralización activa de, por ejemplo, oxidantes. Ejemplos de agentes protectores de reducción son las sales de sulfito, tiosulfito o tiosulfato, mientras que ejemplos de antioxidantes son metionina, hidroxitolueno butilado (BHT) o hidroxianisol butilado (BHA). Muchos agentes preferidos son las sales de tiosulfatos, por ejemplo tiosulfato de sodio. Las cantidades de agente protector en el recubrimiento pueden ser 5-40% p/p del recubrimiento, preferiblemente 5-30%, por
30 ejemplo 10-20%.

[0053] El recubrimiento debería encapsular el gránulo que contiene una enzima formando una capa homogénea sustancialmente continua.

35 [0054] El recubrimiento puede desempeñar cualquier número de funciones en el gránulo, dependiendo del uso destinado del gránulo. Así, por ejemplo, un recubrimiento puede conseguir uno o varios de los siguientes efectos:

(i) reducción adicional de la tendencia de formación de polvo de un gránulo enzimático;

40 (ii) protección adicional de la(s) enzima(s) en el gránulo enzimático contra la oxidación por sustancias/sistemas blanqueadores (p. ej. perboratos, percarbonatos, perácidos orgánicos y similares);

(iii) disolución a un índice deseado en la introducción del gránulo en un medio líquido (tal como un medio acuoso);

45 (iv) proporcionan una mejor resistencia física del gránulo enzimático.

[0055] El recubrimiento puede comprender además uno o más de los siguientes: antioxidantes, secuestrantes de cloro, plastificantes, pigmentos, lubricantes (tales como tensioactivos o agentes antiestáticos) enzimas adicionales y fragancias.

50 [0056] Plastificantes útiles en los estratos de recubrimiento en el contexto de la presente invención incluyen, por ejemplo: polioles tales como azúcares, polialcoholes, o polietilen glicoles (PEGs) con un peso molecular menor de 1000, urea, ésteres de ftalato tales como dibutil o dimetil ftalatos; y agua.

55 [0057] Pigmentos adecuados incluyen, pero de forma no limitativa, blanqueadores finamente divididos, tales como dióxido de titanio o caolín, pigmentos coloreados, colorantes solubles en agua, al igual que combinaciones de uno o más pigmentos y colorantes solubles en agua.

[0058] Como se usa en el presente contexto, el término "lubricante" se refiere a cualquier agente que reduce la fricción de superficie, lubrica la superficie del gránulo, reduce la tendencia al incremento de electricidad estática, y/o reduce la friabilidad de los gránulos. Los lubricantes pueden también jugar un papel relacionado en la mejora del proceso de recubrimiento, reduciendo la adhesividad de los ligantes en el recubrimiento. Así, los lubricantes pueden servir como
60

agentes de anti-aglomeración y agentes de humidificación.

[0059] Ejemplos de lubricantes adecuados son polietilen glicoles (PEGs) y alcoholes grasos etoxilados.

5 [0060] En una forma de realización preferida de la invención el gránulo de la invención es recubierto con un recubrimiento de protección con una humedad constante alta tal como se describe en las páginas de la solicitud de patente danesa PA 1998 00876 páginas 5-9 y los ejemplos dados que fueron inéditos en la fecha de depositar esta solicitud y que es por la presente incorporada por referencia.

10 [0061] Un gránulo final, tanto si está recubierto como si no, se puede proporcionar por el proceso de la invención que preferiblemente tiene un tamaño medio inferior a 390 μm cuando el gránulo está libre de fibras de celulosa y menor de 480 μm cuando el gránulo contiene fibras de celulosa.

15 [0062] También la invención proporciona un gránulo que contiene una enzima que comprende al menos dos partículas de un componente particulado con un tamaño medio de al menos 40 μm , preferiblemente donde el diámetro medio del componente particulado en su dimensión más larga es inferior a la mitad del diámetro medio del gránulo final en su diámetro más largo.

Aplicaciones del gránulo que contiene enzimas

20 [0063] El gránulo de mezclador que contiene enzimas según la invención es útil donde alguna vez se almacenen enzimas solas o para ser incorporadas en otro producto seco, y se necesita una estabilidad de enzima mejorada para permitir un buen almacenamiento y/o propiedades de procesabilidad de la enzima en el gránulo. El gránulo es por ejemplo útil en productos secos que comprenden compuestos oxidantes tales como peróxidos o superóxidos, por ejemplo blanqueadores (p. ej. perboratos o percarbonatos) u otros componentes reactivos, que en caso de contacto con la enzima son capaces de inactivar la enzima. Así la invención proporciona una composición que comprende el gránulo de la invención. La composición es preferiblemente una composición de detergente que comprende además un surfactante. El gránulo que contiene enzimas es posteriormente útil en un método para limpiar un objeto (p. ej. un tejido que contiene celulosa tal como textil de algodón u otros tejidos sintéticos o naturales) por contacto del objeto con una solución acuosa de una composición de detergente que comprende el gránulo que contiene enzimas de la invención. Otros procesos para el tratamiento de textil o tejidos que contienen celulosa donde el gránulo de la invención es aplicable son el desencolado (preferiblemente utilizando amilasa, lipasa y/o enzimas proteásicas), lavado de piedra (preferiblemente utilizando enzimas de glucanasas tal como celulasas), blanqueo y/o coloración del textil (preferiblemente utilizando enzimas de oxidorreductasa).

35 [0064] También debido al proceso de la invención que permite el control mejorado del tamaño del gránulo, gránulos de tamaño bajo, por ejemplo con un tamaño medio entre 100-400 μm , se pueden obtener directamente del proceso de granulación mezcladora con reducida necesidad de selección y reciclaje de gránulos de dimensiones diferentes. El proceso de la invención así mejora la economía de producción considerablemente en la producción de gránulos de tamaño reducido. Los gránulos de tamaño reducido son particularmente útiles en productos tales como composiciones de alimentación/pienso animal o composiciones de harina de cocción en las que el gránulo tendrá una mezclabilidad buena.

40 [0065] Especialmente para la incorporación de gránulos enzimáticos en las composiciones de harina de cocción, que normalmente son polvos muy finos, el tamaño de un gránulo enzimático es importante. También la naturaleza de protección del gránulo de hecho protegerá la enzima durante un proceso de aglomeración en la producción de alimentación/pienso animal. Por consiguiente, la invención proporciona una composición alimentaria que comprende el gránulo de la invención, una composición de harina de panaderos que comprende el gránulo de la invención y un método de preparación de una masa de panaderos que comprende el paso de poner en contacto la composición de harina de panaderos que comprende el gránulo enzimático con un líquido acuoso.

50 [0066] Además los gránulos de enzima de tamaño reducido son útiles para la incorporación en detergentes líquidos ya que debido a su tamaño reducido pueden formar un lodo estable en un detergente líquido.

[0067] Por consiguiente en una forma de realización particular la invención abarca una composición de detergente líquido que comprende el gránulo de la invención, que preferiblemente contiene menos de un 10% de agua, más preferiblemente menos de un 5%, de la forma más preferible menos de un 1% en porcentajes en peso.

60 [0068] Para uso en detergentes, las enzimas más comunes son proteasas, amilasas (p. ej. α -amilasas), celulasas, lipasas y oxidorreductasas. Para uso en las composiciones de cocción, las enzimas más comunes son amiloglucosidasas (glucoamilasas, glucano 1,4- α -glucosidasas), α -amilasas bacterianas, α -amilasas fúngicas, amilasas maltogénicas, glucosa oxidasas, proteasas, pentosanasas. Para uso en las composiciones de alimentación, las enzimas más comunes son α -amilasas bacterianas, proteasas, xilanasas, fitasas, mientras para uso en las aplicaciones de tratamiento textil las enzimas

más comunes son celulasas, α -amilasas.

Descripción del detergente

5 [0069] Una composición de detergente de la invención comprende el gránulo que contiene una enzima de la invención y un surfactante. Adicionalmente, puede opcionalmente comprender un constructor, otra enzima, un supresor de espuma, un agente suavizante, un agente de inhibición de transferencia de color y otros componentes convencionalmente usados en detergentes tales como agentes suspensores de suciedad, agentes de liberación de la suciedad, blanqueadores ópticos, abrasivos, bactericidas, inhibidores de decoloración, agentes colorantes, y/o perfumes encapsulados o no encapsulados.

10 [0070] La composición de detergente según la invención puede ser en forma de barras o granuladas o en forma líquida. El pH (medido en la solución acuosa a la concentración de uso) usualmente será neutro o alcalino, por ejemplo en el rango de 7-11.

15 [0071] Una enzima contenida en el gránulo de la invención incorporado en la composición del detergente es normalmente incorporada en la composición de detergente a un nivel de 0,00001% a 2% de proteína enzimática en peso de la composición, preferiblemente a un nivel de 0,0001% a 1% de proteína enzimática en peso de la composición, más preferiblemente a un nivel de 0,001% a 0,5% de proteína enzimática en peso de la composición, incluso más preferiblemente a un nivel de 0,01% a 0,2% de proteína enzimática en peso de la composición.

20 Sistema de surfactante

[0072] El sistema de surfactante puede comprender surfactantes no iónicos, aniónicos, catiónicos, anfólicos y/o bipolares. El sistema de surfactante preferiblemente consiste en un surfactante aniónico o una combinación de surfactante no iónico y aniónico, por ejemplo 50-100% de surfactante aniónico y 0-50% no iónico. Las composiciones de detergente para ropa también pueden contener surfactantes catiónicos, anfólicos zwitteriónicos y semipolares, al igual que tensioactivos aniónicos y/o no iónicos diferentes de aquellos ya descritos aquí.

30 [0073] El surfactante está típicamente presente a un nivel de 0,1% a 60% en peso. Algunos ejemplos de tensioactivos están descritos a continuación.

a) surfactante no iónico:

35 [0074] El surfactante puede comprender óxido de polialquileo (p. ej. óxido de polietileno) condensados de alquilfenoles. El grupo alquilo puede contener de aproximadamente 6 a aproximadamente 14 átomos de carbono, en una cadena lineal o cadena ramificada. El óxido de etileno puede estar presente en una cantidad igual a de aproximadamente 2 a aproximadamente 25 moles por mol de alquilfenol.

40 [0075] El surfactante también puede comprender productos de condensación de alcoholes alifáticos secundarios y primarios con aproximadamente 1 a aproximadamente 25 moles de óxido de etileno. La cadena alquílica del alcohol alifático puede ser bien recta o ramificada, y contiene generalmente de aproximadamente 8 a aproximadamente 22 átomos de carbono.

45 [0076] Además, el surfactante no iónico puede comprender óxidos de polietileno condensados de alquilfenoles, productos de condensación de alcoholes alifáticos primarios y secundarios con de aproximadamente 1 a aproximadamente 25 moles de óxido de etileno, alquilpolisacáridos, y mezclas de los mismos. Más preferidos son etoxilatos C8-C14 de alquilenol con de 3 a 15 grupos etoxi y etoxilatos de alcohol C8-C18 (preferiblemente C10, de media) teniendo de 2 a 10 grupos etoxi, y sus mezclas derivadas.

50 b) tensioactivos aniónicos:

[0077] Tensioactivos aniónicos adecuados incluyen los tensioactivos de sulfato de alquilo que son sales hidrosolubles o ácidos de fórmula $ROSO_3M$ donde R es preferiblemente un hidrocarbilo C10-C24, alquilo o hidroxialquilo preferiblemente un alquilo o hidroxialquilo con un componente alquilo C10-C20, más preferiblemente un C12-C18, y M es H o un catión, por ejemplo, un catión de metal alcalino (p. ej. sodio, potasio, litio), o amonio o amonio sustituido.

55 [0078] Otros tensioactivos aniónicos incluyen sales (incluyendo, por ejemplo, sodio, potasio, amonio, y sales amónicas sustituidas tales como sales de mono- di- y trietanolamina) de jabón, alcanosulfonatos primarios o secundarios C8-C22, olefinsulfonatos C8-C₂₄, ácidos policarboxílicos sulfonatados preparados por sulfonación del producto pirrolizado de citratos de metal alcalinotérreo.

60 [0079] Sulfonatos de alquibenceno son adecuados, especialmente lineales (cadena lineal) sulfonatos de benceno de alquilo

(LAS) donde el grupo alquilo contiene preferiblemente de 10 a 18 átomos de carbono. Las composiciones de detergente para ropa típicamente comprenden de aproximadamente 1% a aproximadamente 40%, preferiblemente de aproximadamente 3% a aproximadamente 20% en peso de tales tensioactivos aniónicos.

5 Sistema constructor

[0080] Las composiciones según la presente invención pueden comprender además un sistema constructor. Cualquier sistema constructor convencional es conveniente para el uso aquí incluyendo materiales de aluminosilicato, silicatos, policarboxilatos y ácidos grasos, materiales tales como tetraacetato de etilendiamina (EDTA), secuestrantes de iones metálicos tales como aminopolifosfonatos. Constructores de fosfato también pueden usarse aquí.

[0081] Constructores adecuados pueden ser un material de intercambio iónico inorgánico, comúnmente un material de aluminosilicato hidratado inorgánico, más particularmente una zeolita sintética hidratada tal como zeolita hidratada A, X, B, HS o MAP.

[0082] Sales constructoras de detergencia son normalmente incluidas en cantidades de 5% a 80% en peso de la composición. Niveles preferidos de constructor para detergentes líquidos son de 5% a 30%.

20 Blanqueadores

[0083] La composición del detergente también puede comprender blanqueadores, por ejemplo un blanqueador de oxígeno o un blanqueador de halógeno. El blanqueador de oxígeno puede ser un agente de liberación de peróxido de hidrógeno tal como un perborato (p. ej. PB1 o PB4) o un percarbonato, o este puede por ejemplo ser un ácido percarboxílico. El tamaño de partícula de un blanqueante puede ser 400-800 micras. En caso de estar presentes, los compuestos blanqueantes de oxígeno típicamente estarán presentes en niveles de aproximadamente 1% a aproximadamente 25%.

[0084] El agente de liberación de peróxido de hidrógeno se puede usar en combinación con activadores blanqueadores tales como tetraacetilendiamina (TAED), nonanoiloxibenzeno sulfonato (NOBS), 3,5-trimetil-hexanoloxibenceno sulfonato (ISONOBS) o pentaacetilglucosa (PAG).

[0085] El blanqueador de halógeno puede ser, por ejemplo un blanqueante de hipohalita, por ejemplo, ácido tricloro isocianúrico y las sales de sodio y de potasio de dicloroisocianuratos y N-cloro y N-bromo sulfonamidas de alcanos. Tales materiales son normalmente adicionados a un 0,5-10% en peso del producto acabado, preferiblemente 1-5% en peso.

[0086] Composiciones de detergentes granuladas según la presente invención pueden también estar en "forma compacta", es decir, pueden tener una densidad relativamente más alta que los detergentes granulados convencionales, es decir de 550 a 950 g/l.

[0087] Las composiciones de la invención pueden por ejemplo, ser formulados como composiciones de detergente para el lavado de ropa a mano y a máquina incluyendo composiciones de aditivo de lavandería y composiciones adecuadas para el uso en el pretratamiento de tejidos manchados, el enjuague adicional composiciones de suavizante, y composiciones para el uso en operaciones de limpieza general de superficies duras domésticas y operaciones de lavado de la vajilla.

[0088] Más específicamente, los gránulos que contienen enzimas de la invención se pueden incorporar en las composiciones detergentes descritas en los documentos WO 97/04079, WO 97/07202, WO 97/41212, y PCT/DK 97/00345.

EJEMPLOS

[0089] La presente invención está posteriormente ilustrada por los ejemplos prácticos descritos abajo, que son representativos y no están destinados a ser limitativos. Un experto en la técnica será capaz de seleccionar otras enzimas y aditivos granulados o métodos basándose en las enseñanzas de la presente.

EJEMPLO 1:

55 Preparación de un granulado mezclador que comprende un 15% en peso del Farigel granulado

[0090] En un mezclador Lödige de 50 litros, 14,1 kg de una composición en polvo se obtiene a partir de lo siguiente:

1,8 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200),

2,25 kg de harina de trigo pre gelatinizada (Farigel de Ble F1100, WestHove, Francia)

0,9 kg de carbohidrato de ligante (Glucidex 21D, Roquette Freres)

0,6 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

8,55 kg de sulfato de sodio finamente molido

fueron pulverizados con una mezcla de 2,5 kg de agua y 0,9 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21) y granulados y secados en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en el documento US 4,106,991.

[0091] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los gránulos.

EJEMPLO 2:

Preparación de un granulado comprendiendo un 30% peso de Farigel granulado

[0092] En un mezclador Lödige de 50 litros, 14,1 kg de una composición en polvo se obtiene a partir de lo siguiente:

1,8 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200),

4,5 kg de harina de trigo pregelatinizada (Farigel de Ble F1100, WestHove, Francia)

0,9 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21D, Roquette Freres)

0,6 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

6,3 kg de sulfato de sodio finamente molido

fueron pulverizados con una mezcla de 3,0 kg de agua y 0,9 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21) y granulados y secados en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en el documento US 4,106,991.

[0093] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los gránulos.

EJEMPLO 3:

Preparación de granulado comprendiendo 45% peso de Farigel granulado

[0094] En un mezclador Lödige de 50 litros, 14,1 kg de una composición en polvo se obtiene a partir de lo siguiente:

1,8 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200),

6,75 kg de harina de trigo pregelatinizada (Farigel de Ble F1100, WestHove)

0,9 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21D, Roquette Freres)

0,6 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

4,05 kg de sulfato de sodio finamente molido

fueron pulverizados con una mezcla de 3,0 kg de agua y 0,9 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21) y granulados y secados en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en del documento US 4,106,991.

[0095] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los gránulos.

EJEMPLO 4:

Preparación de granulado comprendiendo un 72% en peso de Farigel granulado

[0096] En un mezclador Lödige de 50 litros, 14,1 kg de una composición en polvo se obtiene a partir de lo siguiente:

1,8 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200),

10, 8 kg de harina de trigo pregelatinizada (Farigel de Ble F1100, WestHove)

0,9 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21D, Roquette Freres)

0,6 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

fueron pulverizados con una mezcla de 3,0 kg de agua y 0,9 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21) y granulados y secados en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en el documento US 4,106,991.

[0097] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los gránulos.

Ejemplos 1-4: Distribución del Tamaño de las Partículas

[0098]

| | EJEMPLO 1 15% Farigel % p/p | EJEMPLO 2 30% Farigel % p/p | EJEMPLO 3 45% Farigel % p/p | EJEMPLO 4 72% Farigel % p/p |
|----------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| > 500 µm | 39, 2 | 26, 1 | 20, 1 | 25, 9 |
| > 425 µm | 46, 4 | 30, 0 | 23, 3 | 28, 8 |
| > 355 µm | 53, 6 | 34, 6 | 26, 8 | 30, 3 |
| > 300 µm | 64, 5 | 42, 5 | 32, 1 | 34, 3 |
| > 212 µm | 89, 7 | 80, 1 | 60, 8 | 40, 6 |
| > 125 µm | 100, 0 | 98, 3 | 96, 1 | 93, 8 |
| < 125 µm | 0, 0 | 1, 7 | 4, 9 | 6, 2 |

[0099] Los resultados muestran que con una cantidad creciente de componente particulado (farigel) el tamaño medio de partícula disminuye consistentemente de aprox. 400 µm a aprox. 200 µm cuando aumenta el nivel de Farigel.

EJEMPLOS 5-7:

[0100] Tres gránulos idénticos que comprenden un 30% en peso de Farigel granulado fueron producidos para estudiar la reproducibilidad.

[0101] En un mezclador Lödige de 50 litros, 14,1 kg de una composición en polvo se obtiene a partir de lo siguiente:

1,8 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200),

4,5 kg de harina de trigo pregelatinizada (Farigel de Ble F1100, WestHove)

0,9 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21D, Roquette Freres)

0,6 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

6,3 kg de sulfato de sodio finamente molido

fueron pulverizados con una mezcla de 3,0 kg de agua y 0,9 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21) y granulados y secados en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en el documento US 4,106,991.

[0102] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los gránulos.

EJEMPLO 8:

Preparación de granulado en gran escala que comprende un 30% del Farigel granulado

[0103] En un mezclador Lödige de 130 litros, 37,6 kg de una composición en polvo se obtienen a partir de lo siguiente:

4,8 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200),

12,0 kg de harina de trigo pregelatinizada (Farigel de Ble F1100, WestHove)

2,4 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21D, Roquette Freres)

1,6 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

5 16,8 kg de sulfato de sodio finamente molido

fueron pulverizados con una mezcla de 6,8 kg de agua y 2,4 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21) y granulados y secados en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en el documento US 4,106,991.

10 [0104] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los granulos.

EJEMPLOS 5-8: Distribución del Tamaño de las Partículas

[0105]

15

| | EJEMPLO 5 Lödige 50 L % p/p | EJEMPLO 6 Lödige 50 L % p/p | EJEMPLO 7 Lödige % 50 L p/p | EJEMPLO 8 Lödige 130 L % p/p |
|----------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|
| > 707 µm | 17, 9 | 16, 5 | 13, 8 | 16, 4 |
| > 600 µm | 24, 6 | 22, 4 | 19, 1 | 21, 1 |
| > 500 µm | 30, 7 | 28, 1 | 24, 1 | 25, 3 |
| > 425 µm | 35, 8 | 32, 6 | 28, 0 | 28, 4 |
| > 355 µm | 40, 5 | 36, 7 | 32, 0 | 31, 3 |
| > 300 µm | 45, 9 | 41, 7 | 37, 0 | 34, 3 |
| > 212 µm | 74, 2 | 68, 9 | 66, 7 | 55, 4 |
| > 125 µm | 98, 5 | 97, 7 | 98, 9 | 93, 4 |
| < 125 µm | 1, 4 | 2, 3 | 1, 1 | 6, 6 |

[0106] Los resultados muestran que el proceso es reproducible y enfatizan el efecto del componente particulado.

EJEMPLO 9:

20

Preparación de granulado de fitasa estándar

[0107] En un mezclador Lödige de 50 litros, 14,4 kg de una composición en polvo se obtienen a partir de lo siguiente:

25

1,8 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200),

0,9 kg de carbohidrato ligante (Glucidex 21D, Roquette Freres)

0,6 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

30

11, 1 kg de sulfato de sodio finamente molido

fueron pulverizados con una mezcla de 0,85 kg de concentrado de fitasa (Novo Nordisk A/S, Dinamarca) con un 23% en peso de sustancia seca, 2,25 kg de agua y 0,3 kg de extracto soluble de maíz y fue granulado y secado en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en el documento US 4,106,991.

35

[0108] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los granulos.

EJEMPLO 10:

40

Preparación de un granulado de fitasa que comprende Farigel granulado

[0109] En un mezclador Lödige de 50 litros, 14,4 kg de una composición en polvo se obtienen a partir de lo siguiente:

45

1,8 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200)

4,5 kg de harina de trigo pregelatinizada (Farigel de Ble F1100, WestHove)

0,9 kg de ligante de carbohidrato (Glucidex 21D, Roquette Freres)

0,6 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

6,6 kg de sulfato de sodio finamente molido

5

fueron pulverizados con una mezcla de 0,85 kg de concentrado de fitasa (Novo Nordisk A/S, Dinamarca) con un 23% en peso de sustancia seca, 2,25 kg de agua, y 0,3 kg de extracto soluble de maíz y granulados y secados en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en el documento US 4,106, 991.

10 [0110] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los gránulos.

EJEMPLO 11:

Preparación de granulado de fitasa estándar que comprende sémola de maná granulada

15

[0111] En un mezclador Lödige de 50 litros 14,5 kg de una composición en polvo se obtienen a partir de lo siguiente:

0,9 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200)

20

7,5 kg pre sémola de maná (en danés: Mannagryn) (trigo granulado, Havnemoellerne A/S, Dinamarca)

0,3 kg de ligante de carbohidrato (Glucidex 21D, Roquette Freres)

0,3 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

25

5,5 kg de sulfato de sodio finamente molido

fueron pulverizados con una mezcla de 0,71 kg de concentrado de fitasa (Novo Nordisk A/S, Dinamarca) con un 23% en peso de sustancia seca, 1,80 kg de agua, y 0,3 kg de extracto soluble de maíz y granulado y secado en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en el documento US 4,106, 991.

30

[0112] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los gránulos.

EJEMPLOS 9-11: Distribución del Tamaño de las Partículas

35

[0113]

| | EJEMPLO 9 referencia % p/p | EJEMPLO 10 Farigel % p/p | EJEMPLO 11 Sémola de maná % p/p |
|-----------|-------------------------------|-----------------------------|------------------------------------|
| > 1200 µm | 19,1 | 6,1 | 2,2 |
| > 1000 µm | 25,2 | 8,9 | 2,4 |
| > 850 µm | 36,1 | 16,1 | 2,7 |
| > 710 µm | 50,1 | 25,2 | 3,6 |
| > 600 µm | 70,0 | 39,0 | 5,3 |
| > 500 µm | 84,1 | 49,4 | 28,9 |
| > 425 µm | 90,2 | 59,2 | 58,8 |
| > 355 µm | 94,2 | 64,9 | 80,6 |
| > 300 µm | 96,2 | 68,4 | 92,7 |
| < 250 µm | 0,6 | 22,7 | 6,2 |

[0114] Los resultados muestran que la adición de Farigel granulado o sémola de maná reduce significativamente el tamaño medio de partícula y produce un producto adecuado para la aplicación en la industria de pienso para animales. Además la adición de sémola de maná proporciona una distribución del tamaño de las partículas estrecha, que es deseable.

40

EJEMPLO 12:

Preparación de Novamil (una amilasa) granulado comprendiendo Farigel granulado

45

[0115] En un mezclador Lödige de 50 litros, 12,75 kg de una composición en polvo se obtiene a partir de lo siguiente:

1,8 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200),

9,0 kg de harina de trigo pregelatinizada (Farigel de Ble F1100, WestHove)

5 1,35 kg de ligante de carbohidrato (Glucidex 21D, Roquette Freres)

0,6 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

10 fueron pulverizados con 7,5 kg de Novamil (Novo Nordisk A/S, Dinamarca) concentrado con un 30% en peso de sustancia seca y granulados y secados en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en el documento US 4,106,991.

[0116] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los gránulos.

EJEMPLO 13:

15

Preparación de Novamil granulado comprendiendo Farigel granulado

[0117] En un mezclador Lödige de 50 litros, 12,75 kg de una composición en polvo se obtienen a partir de lo siguiente:

20 1,8 kg de celulosa fibrosa (Arbocel™ BFC200),

4,5 kg de harina de trigo pregelatinizada (Farigel de Ble F1100, WestHove)

1,35 kg de ligante de carbohidrato (Glucidex 21D, Roquette Freres)

25

0,6 kg de caolín (Speswhite™, English China Clay) y

4,5 kg de sulfato de sodio finamente molido

30 Fueron pulverizados con 7,5 kg de Novamil (Novo Nordisk A/S, Dinamarca) concentrado con un 30% de sustancia seca y granulados y secados en lecho fluido como se describe en el ejemplo 1 en el documento US 4,106,991.

[0118] El granulado seco fue tamizado para examinar la distribución de tamaño de los gránulos.

35 **EJEMPLOS 12-13: distribución del tamaño de las partículas**

[0119]

| | EJEMPLO 12 % p/p | EJEMPLO 13 % p/p |
|----------|---------------------|---------------------|
| > 355 µm | 20,0 | 26,5 |
| > 300 µm | 22,6 | 30,7 |
| > 250 µm | 27,4 | |
| > 180 µm | 58,0 | 39,8 |
| < 80 µm | 0,0 | 0,7 |

40 [0120] Los resultados muestran que la adición de Farigel granulado produce una distribución del tamaño de las partículas de los gránulos que es conveniente para aplicaciones en harina de panaderos.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Proceso para la producción de un gránulo seco que contiene enzimas que comprende el paso de adición de una harina de grano de cereal a un proceso de granulación mezcladora, donde la harina de grano de cereal constituye menos de 75 de 100 partes del gránulo final y la harina de grano de cereal consiste en partículas con un tamaño medio en su dimensión más larga que es al menos 40 µm y es inferior a la mitad del diámetro del gránulo final.
- 10 2. Proceso según la reivindicación 1, donde el gránulo final contiene 3-15 partículas.
3. Proceso según la reivindicación 1 o 2, donde el grano de cereal es seleccionado de trigo, centeno, cebada, avena, arroz, maíz o sorgo.
- 15 4. Proceso según la reivindicación 3 donde el cereal es trigo.
5. Proceso de cualquier reivindicación precedente donde la harina vegetal ha sido tratada con vapor seco sobrecalentado.
6. Proceso de cualquier reivindicación precedente, donde la enzima es seleccionada de hidrolasas (EC 3.-.-.).
- 20 7. Proceso según la reivindicación 6 donde la enzima es seleccionada de fitasas (EC 3.1.3.-) y glicosidasas (EC 3.2.-.-).
8. Proceso de cualquier reivindicación precedente, donde el gránulo contiene además uno o más agentes de granulación seleccionados de materiales de fibra, ligantes, productos de relleno, agentes líquidos, estabilizadores enzimáticos, agentes de suspensión, agentes de reticulación, mediadores y/o solventes.
- 25 9. Proceso según la reivindicación 8, donde la carga comprende sulfato alcalino finamente molido.
10. Proceso según la reivindicación 8 o 9, donde la carga comprende una arcilla.
- 30 11. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 8-10, donde el ligante comprende un carbohidrato ligante.
12. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 8-11, donde la materia fibrosa comprende celulosa en forma fibrosa.
- 35 13. Proceso de cualquier reivindicación precedente que comprende además un paso de adición de agua y un paso posterior de secado.
14. Proceso de cualquier reivindicación precedente, donde el gránulo final comprende fibras de celulosa y tiene un tamaño medio menor de 480 µm.
- 40 15. Composición de detergente que comprende un surfactante y gránulos obtenibles del proceso de cualquier reivindicación precedente.
- 45 16. Composición de detergente según la reivindicación 15 seleccionada de composiciones secas y composiciones líquidas que contienen menos de un 10% p/p de agua.
17. Composición de pienso para animales que comprende gránulos obtenibles del proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-14.
- 50 18. Composición de harina de panaderos que comprende gránulos obtenibles del proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-14.
19. Método de preparación de una masa que comprende el paso de poner en contacto la composición según la reivindicación de harina de panaderos 18 con un líquido acuoso.

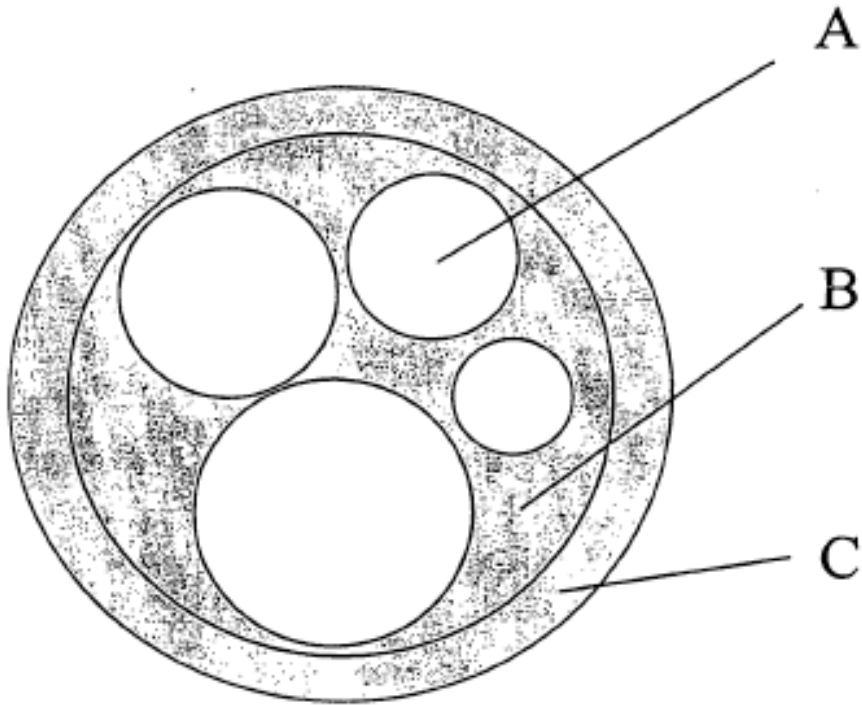


Fig. 1