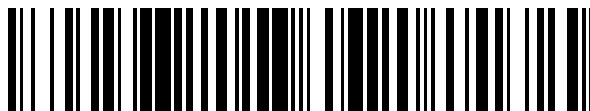


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 560 642**

21 Número de solicitud: 201431251

51 Int. Cl.:

A23K 50/10 (2006.01)

A23K 20/24 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

22.08.2014

43 Fecha de publicación de la solicitud:

22.02.2016

71 Solicitantes:

MAGNESITAS NAVARRAS, S.A. (100.0%)
Avda. Roncesvalles s/n
31630 Zubiri (Navarra) ES

72 Inventor/es:

AMEZQUETA LIZÁRRAGA, Presentación;
ARANDIGOYEN VIDAURRE, Mikel;
GANGUTIA PEPÍN, Nicolás y
GARCÍA ZUBIRI, Íñigo X.

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

54 Título: **Procedimiento y composición química basada principalmente en MgO**

57 Resumen:

Procedimiento y composición química basada principalmente en MgO.

La presente invención se refiere a una composición química basada principalmente en MgO, su procedimiento de obtención mediante calcinación, y su uso como aditivo para piensos que simultáneamente corrige el pH gástrico animal y es fuente de magnesio en nutrición animal.

ES 2 560 642 A1

PROCEDIMIENTO Y COMPOSICIÓN QUÍMICA BASADA PRINCIPALMENTE EN
MgO

DESCRIPCIÓN

5

La presente invención se refiere a una composición química basada principalmente en MgO, su procedimiento de obtención mediante calcinación, y su uso como aditivo para piensos que simultáneamente corrige el pH gástrico animal y es fuente de magnesio en nutrición animal.

10

Por tanto, la invención se podría encuadrar en el campo de la alimentación animal.

ESTADO DE LA TÉCNICA ANTERIOR

15

Actualmente, la magnesita, un mineral compuesto fundamentalmente por carbonato de magnesio, es considerada una materia prima "crítica" al ser escasa, existiendo una gran demanda de este mineral, tanto para aplicaciones en forma de refractario, siderúrgicas e industriales, así como para su aplicación como nutriente o suplemento de piensos de animales en su forma cáustica.

20

El magnesio es un metal alcalinotérreo que representa el segundo catión más importante del sector intracelular después del potasio y es el cuarto mineral por su abundancia en el organismo, por lo que es un elemento esencial en la nutrición animal. Realiza diversas funciones en el organismo, por un lado es un componente estructural

25

del esqueleto pues interviene en la formación mineral de los huesos y dientes, por otro juega un papel vital en la excitación nerviosa participando en la transmisión de los impulsos nerviosos, en la contracción y relajación de músculos. Además es un componente de muchas enzimas, participa en el transporte de oxígeno a nivel tisular y en el metabolismo energético [Nutrient Requirements of Dairy Cattle, 7th Revised

30

Edition (2001), The National Academy of Sciences, p.128-131].

La magnesia (MgO) calcinada cáustica ha sido ampliamente empleada como fuente de magnesio en nutrición animal [R.G. Hemingway, E.R. Parker, J.J. Parkins, G. Fishwick and N.S. Ritchie, "Bioavailability assessments of granular calcined magnesites derived

from magnesite rocks and of magnesium hydroxide powder in sheep”, *J. Agric. Sci.* (1998), 131(2), 237-243,]. Se recomienda un aporte suplementario de magnesio a animales como los cerdos en situaciones de estrés, nerviosismo o estreñimiento como es su sacrificio. También es aconsejable el aporte suplementario de magnesio a
5 animales como las vacas lecheras y las ovejas cuando existe una alta incidencia de hipomagnesemia o tetania de la hierba.

Por otro lado, uno de los mayores problemas de desorden metabólico en rumiantes es la acidosis ruminal, especialmente en ganado de engorde intensivo y en vacas
10 lecheras de alta producción. Un suplemento de óxido de magnesio en los piensos sirve, además de como suplemento mineral magnesio, como alcalinizante del pH del rumen [A. M. Zamarreño, J. M. García-Mina, R. G. Cantera, “A new method for studying the performance of products against Ruminant Acidosis”, *J. Sci. Food. Agric.* (2003), 83, 1607-1612].

15 A nivel europeo, existe una grave crisis en el abastecimiento de magnesio, lo que hace imprescindible un aumento del rendimiento de los minerales extraídos, aprovechando los materiales de más baja ley para satisfacer la demanda de productos derivados del magnesio.

20
DESCRIPCION DE LA INVENCION

En un primer aspecto la presente invención se refiere a una composición caracterizada por tener

- 25 - un porcentaje de MgO de entre 68 % y 72 % con respecto al peso total de la composición
 - una pérdida por ignición de entre 10 % y 20 % en peso con respecto al peso total de la composición,
 - metales pesados As, Cd, Hg y Pb en una concentración menor de 20, 1, 0,1 y
30 10 ppm, respectivamente.

y caracterizada por estar exenta de dioxinas, furanos y fluor.

En la presente invención el término “pérdida por ignición” se refiere a la pérdida de masa en tanto por cierto que una muestra de cualquier sustancia presenta al sufrir un
35 tratamiento térmico a 1050°C de acuerdo al siguiente protocolo: Pesar 1,0000 g. de

muestra molida en crisol de porcelana previamente tarado e introducir en el horno directamente a 1050 °C durante 30 minutos, al cabo de los cuales se retira, se deja enfriar durante otros 10 minutos y se pesa, calculando su pérdida de masa.

5 Esta temperatura de 1050°C se establece (por norma) para este tipo de materiales carbonatados, ya que es importante conocer la pérdida de masa en ignición a la temperatura en la que se ha completado la descarbonatación de la sustancia. A esta temperatura de 1050°C de acuerdo al análisis térmico de los materiales del tipo carbonato magnésico se asegura tanto la deshidratación como la descomposición total
10 de los carbonatos en sus óxidos correspondientes. Esta pérdida de masa por ignición de la sustancia está así relacionada con el grado de calcinación y de la misma manera con la alcalinidad y la disponibilidad del magnesio de este tipo de materiales.

En una realización preferida, la pérdida por ignición de la presente invención es de
15 entre 14 % y 20 %. Aún más preferiblemente la pérdida por ignición es de entre 14 % y 16%.

En la presente invención la composición se caracteriza por estar exenta de dioxinas, furanos y fluor, siendo la concentración de metales pesados As, Cd, Hg y Pb que
20 contiene menor de 20, 1, 0,1 y 10 ppm, respectivamente. Estas características hace que la composición de la invención sea apta para consumo animal.

En un segundo aspecto la presente invención se refiere al procedimiento de obtención de la composición química descrita anteriormente que comprende las siguientes
25 etapas:

- a) calcinar magnesita a una temperatura de entre 800 y 1150°C, hasta obtener una pérdida por ignición de entre 3 % a 10 %,
- b) mezclar el producto derivado de la calcinación de la etapa (a) con hidróxidos,
30 carbonatos metálicos o una combinación de los mismos,
- c) opcionalmente, moler la mezcla obtenida en la etapa (b) hasta obtener un tamaño de partícula por debajo de 1000 µm.

En la presente invención el término “calcinar” se refiere al tratamiento térmico por el cual un mineral pierde sus componentes gaseosos descomponiéndose en sus óxidos correspondientes.

- 5 Con la etapa a) del procedimiento el Mg queda más disponible para la absorción por parte del animal, con la etapa b) se mejora aun más la disponibilidad de Mg y el poder alcalinizante (para su uso como corrector de pH) aun siendo la cantidad de MgO de la mezcla menor que en la etapa a).
- 10 En una realización preferida, la temperatura a la que se lleva a cabo el proceso de calcinación de la magnesita de la etapa a) es de entre 1000°C y 1150°C.

En otra realización preferida, los hidróxidos utilizados en la etapa b) proceden de la hidratación de fracciones finas excedentes de la calcinación de la etapa (a) o de
15 magnesita calcinada.

En otra realización preferida, los metales que forman los carbonatos utilizados en la etapa b) se seleccionan de la lista que comprende Mg, Ca, Fe o una combinación de los mismos.

20 En otra realización preferida, la mezcla obtenida en la etapa (b) se muele en la etapa (c) hasta obtener un tamaño de partícula por debajo de 800 µm. Preferiblemente un tamaño de partícula por debajo de 500 µm. Aún más preferiblemente, por debajo de 200 µm.

25 Según se disminuye el tamaño de partícula aumenta la superficie específica de la misma, de modo que se mejora la disponibilidad del Mg y su capacidad como corrector de pH (poder alcalinizante).

30 Preferiblemente el procedimiento se lleva a cabo en un horno rotativo horizontal.

Un tercer aspecto de la invención se refiere al uso de la composición descrita anteriormente como aditivo para piensos, preferiblemente como aditivo para piensos de rumiantes.

El cuarto y último aspecto de la invención se refiere al uso de la composición descrita anteriormente como corrector de pH gástrico animal y/o fuente de magnesio. Preferiblemente, como corrector de pH gástrico animal y fuente de magnesio.

5 A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y figuras se proporcionan a modo de ilustración, y
10 no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

FIG. 1. Velocidad de cambio del pH ruminal en función de la composición de la
15 invención y de las referencias.

FIG. 2. Área bajo la curva del pH ruminal hasta el pico máximo durante las 4 h después de la suplementación en función de la composición de la invención y de las referencias.

20

FIG. 3. Evolución del peso vivo de los corderos durante la lactación según la composición de la invención y de las referencias incluida en el pienso.

FIG. 4. Ganancia media diaria (GMD) de los corderos durante la lactación según la
25 composición de la invención y de las referencias incluida en el pienso.

EJEMPLOS

EJEMPLO 1 Preparación de distintas mezclas correspondientes a la presente
30 invención.

Se prepararon varias composiciones, denominadas mezclas, calcinando magnesita a una temperatura de entre 1050-1150 °C en un horno para posteriormente mezclar el producto de la calcinación con los compuestos indicados en la columna 3 de la tabla 1.

Finalmente la mezcla obtenida se molió hasta obtener un tamaño de partícula por debajo de 200 μm .

La tabla 1 representa la composición de cada una de las composiciones preparadas a modo de ejemplo de la invención así como los resultados obtenidos en los ensayos de disponibilidad de magnesio en ácido cítrico y en nitrato amónico.

- Solubilidad en ácido cítrico, de acuerdo al protocolo utilizado habitualmente en MAGNA: 2,00 g molidos de muestra en 100 ml. una disolución de ácido cítrico de 28g/L de concentración. El ensayo se detiene cuando se alcanza un pH estable. Se determina el magnesio y el calcio lixiviado en una disolución de ácido cítrico anterior.

- Solubilidad en Nitrato Amónico. Se modificó un protocolo del ADAS, del Ministerio de agricultura, pesca y alimentos Inglés (Ministry of Agriculture Fisheries and Food, MAFF) aplicado para el magnesio extraíble de suelos. De esta manera, se determina el magnesio (y el calcio) lixiviado en una disolución 2M de nitrato amónico (160 g/L). Se toma 1,00 g de muestra y se extrae con 50 mL de disolución de nitrato amónico 2M en matraces de 250mL. Las muestras se agitan durante 30 min a 150 rpm (agitación orbital). Se acidulan las disoluciones resultantes con 1mL de HCl y se enrasa a 250mL. Se determinará por espectroscopia de absorción atómica (AAS) el contenido en magnesio y de calcio.

Los resultados indican que existe una mayor disponibilidad de magnesio en las composiciones /mezclas de la invención con respecto a la muestra de referencia (Caustica F) aun siendo el % de MgO de partida mucho menor.

Tabla 1: Composición, % de MgO en la muestra y disponibilidad de magnesio de composiciones preparadas a modo de ejemplo de la invención y de la referencia en ácido cítrico y nitrato amónico.

Muestra	Magnesita de partida	Segundo ingrediente	% MgO total	Disponibilidad de MgO en Ácido Cítrico (%)	Disponibilidad de MgO en Nitrato Amónico (%)
Mezcla 1	Cáustica F 70%	Carbonato F' 30%	70,38	46,80	12,37
Mezcla 2	Cáustica F Semicalcinada 78%	Carbonato F' 22%	69,42	51,57	35,01
Mezcla 3	Cáustica F Semicalcinada 75%	Dolomía calcinada 25%	69,89	42,24	33,08
Mezcla 4	Cáustica F Semicalcinada 82%	Hidróxido magnésico 18%	68,81	52,92	38,17
Cáustica F			83,93	41,37	25,15

5

Cáustica F es la denominación de un producto comercializado por Magnesitas Navarras, S.L. para el sector agropecuario, caracterizándose por tener un tamaño de grano entre 0,3 y 0,8 mm y una pérdida de masa por ignición de entre 1% y 3%.

10 Cáustica F semicalcinada es otro producto de Magnesitas Navarras, S.L. similar a la Cáustica F, sin embargo caracterizado por tener una pérdida de masa por ignición con valores de entre 3% y 10%.

15 Carbonato F es un carbonato magnésico con un contenido en Mg de 25% (42% MgO analizado por FRX).

EJEMPLO 2 Evaluación de la capacidad de modulación del pH ruminal de varias formulaciones de magnesio.

20 Para llevar a cabo esta evaluación se utilizaron los siguientes productos como sustancias de referencia. La Tabla 2 recopila el porcentaje % de MgO de cada producto y disponibilidad de magnesio en ácido cítrico y nitrato amónico.

Tabla 2 recopila el % de MgO de los productos de referencia utilizados y su disponibilidad de magnesio en ácido cítrico y nitrato amónico

Producto de referencia	MgO (%)	Disponibilidad de MgO en Ácido Cítrico (%)	Disponibilidad de MgO en Nitrato Amónico (%)
Cáustica F	83,93	41,37	25,15
Cáustica Griega	84,76	45,53	50,33
Cáustica China	89,37	40,77	25,25

5 El ensayo consistió en alimentar con la misma ración ad libitum a un cuadrado Latino con 8 animales (vacas) y 8 periodos de 14 días cada uno. En total se utilizaron un total de 7 productos (Cáustica F Magna, Cáustica Griega, Cáustica China, Mezcla 1 MAGNA 1, Mezcla 2 MAGNA 2, Mezcla 3 MAGNA 3, Mezcla 4 MAGNA 4) y en cada periodo hubo una vaca que no recibió ningún producto (vaca control). Estos productos se administraron (80 g/d) a través de la cánula ruminal de los animales después del ordeño de la mañana. Cada vaca recibió cada uno de los 7 productos durante 11 días. Transcurrido este tiempo, se monitorizó el pH durante 3 días consecutivos a intervalos de 22 minutos simultáneamente en cada una de los 8 vacas. El sistema utilizado para la determinación del pH ruminal de forma continua es el mismo descrito por Bach et al. (2007). [A. Bach, C. Iglesias, M. Devant, "Daily rumen pH pattern of loose-housed dairy cattle as affected by feeding pattern and live yeast supplementation", Anim. Feed. Sci. Technol. (2007), 136, 146-153].

20 El pH del rumen se controla cada 15 minutos, utilizando un medidor de pH (X-Mate Pro MX 300, Mettler-Toledo, Barcelona, España) capaz de grabar y almacenar valores de pH de forma automática. El medidor de pH se coloca dentro de un cilindro de policloruro de vinilo hecho a medida (170 mm de largo y 75 mm de diámetro) con una abertura de 12 mm de diámetro para permitir que la sonda de pH tenga contacto directo con el fluido ruminal.

25 El cilindro contenía el medidor de pH y alrededor de 300 g de plomo para asegurar que el dispositivo se hunde y se mantiene en el saco caudoventral del rumen a lo largo de todas las lecturas o medidas. El dispositivo se retira de la panza cada 3 días (a excepción de la última toma de muestras) para recuperar las mediciones de pH

almacenados en la memoria del medidor de pH y devueltos al rumen en 30 minutos. También, cuando el dispositivo es retirado del rumen, se chequea, si es necesario, el medidor de pH para su exactitud y re-calibrado, empleando estándares de pH 4.0 y 7.0.

5

Los datos de cada animal fueron promediados por día de medición. El promedio incluyó la media, los valores máximos, los valores mínimos, el coeficiente de variación diario, y la media de horas con pH por debajo de 5.8. Estos datos luego fueron analizados usando un modelo de efectos mixtos considerando los efectos aleatorios del animal y periodo, y los efectos fijos del tratamiento y día de observación usando una estructura de medidas repetidas.

10

Se detectaron diferencias significativas entre el pH medio durante los 3 días de mediciones continuas en función del tipo de producto/muestra que recibieron las vacas a través de la cánula ruminal (Tabla 3):

15

Los mayores pHs se encontraron con las muestras cáusticas China y Griega, seguidas de la caustica F, y por último el control y las cuatro MAGNAS, que no difirieron del pH medio del control.

20

Los pHs mínimos y máximos medios también se vieron afectados por el tratamiento.

Los pHs mínimos más altos se encontraron con la cáustica China, seguida de la Griega, la F y control, y lo más bajos se encontraron las cuatro muestras MAGNA.

25

Resultados parecidos se detectaron con los pH medios máximos, con la diferencia que el pH medio máximo más elevado correspondió a la cáustica Griega.

30

La dispersión de pH (o coeficiente de variación) a lo largo de cada día de medición tendió a ser distinta en función de la suplementación recibida, la cáustica China y MAGNA 2 mostraron los CV más bajos, indicativos de pH ruminales más estables y menos fluctuantes.

El número de horas que las vacas mostraron un pH ruminal por debajo de 5.8, indicativo de acidosis ruminal subaguda, no fue afectado por el tipo de producto suplementado.

- 5 Tabla 3. Efecto del tipo de magnesita sobre el pH ruminal y el tiempo (h/d) durante el cual el pH ruminal estuvo por debajo de 5.8.

	Control	Cáustica F	Cáustica Griega	Cáustica China	MAGNA 1	MAGNA 2	MAGNA 3	MAGNA 4	SE	P valor
pH mínimo	5.81ab	5.85ab	5.98ab	6.11a	5.71ab	5.94ab	5.82ab	5.61b	0.11	0.02
pH medio	6.42b	6.5ab	6.69a	6.71a	6.32b	6.47b	6.44b	6.37b	0.09	<0.01
pH máximo	7.06ab	7.23ab	7.42a	7.18ab	6.90b	6.97b	7.10ab	7.19ab	0.13	0.02
CV, %	4.46	5.02	4.95	3.72	4.37	3.80	4.68	5.78	0.49	0.06
pH < 5.8, h/d	1.98	2.41	1.51	0.42	1.90	1.64	2.87	2.53	0.75	0.15

a,b Números con distintos superíndices por fila indican diferencias significativas con un P valor < 0.05.

5 Para la mayoría de los productos se observa un aumento del pH ruminal coincidiendo con la suplementación de los productos a través de la cánula ruminal a las 08:00-09:00h de la mañana, excepto para el control, como era de esperar.

10 El área bajo la curva (ABC) de pH es una indicación inversamente proporcional de la intensidad de pH ruminal que cada tratamiento ha inducido. Es decir, a mayor área bajo la curva menor ha sido la exposición a acidosis. Los dos tratamientos que resultaron en menor riesgo de acidosis son la cáustica China y Griega que claramente redujeron el riesgo respecto la MAGNA 1, sin embargo, el resto de productos no fueron distintos del Control (y el Control, de hecho, tampoco fue distinto de las dos cáusticas China y Griega). Estos resultados indican que el riesgo de acidosis ruminal
15 fue relativamente bajo, a pesar de usar vacas de alta producción e ingestión de materia seca superiores a los 25 kg/d.

Bajo estas condiciones, lo más apropiado, para determinar la efectividad de los productos para controlar el pH ruminal es determinar el cambio de pH ruminal
20 observado durante las 4 horas siguientes a la suplementación de cada producto vía cánula ruminal, coincidiendo también cuando los animales consumen una mayor cantidad de materia seca durante la oferta de la comida por la mañana. La FIG. 1 muestra las diferencias numéricas de las pendientes del cambio de pH después de la suplementación con los distintos productos.

25

Como puede observarse en la FIG. 1, el control fue el que presentó la pendiente más reducida y MAGNA 4 la más pronunciada.

30 El área bajo la curva durante las horas siguientes a la suplementación de productos fue numéricamente distinta entre tratamiento, pero no alcanzó significancia ($P = 0.75$) estadística como puede observarse en la FIG. 2. Los tratamientos Control y Magna 1 presentaron el ABC más bajo (menor cambio de pH) mientras que la Cáustica F y Magna 4 presentaron las ABC más altas. Debido a la variación en estas medidas, el error estándar es muy alto y no permite diferencia estadísticamente los tratamientos.

También se obtuvo el tiempo transcurrido entre la dosificación de los productos y la aparición del pico de pH ruminal.

Las diferencias entre tratamientos no fueron estadísticamente significativas ($P = 0.74$), pero la cáustica China, Griega, y Magna 1 fueron las de más rápida respuesta, mientras que Magna 4, 2 y la cáustica F las de más lento efecto.

A juzgar por los valores de pendiente de pH (muy altos en Magna 4) y el ABC de este producto, se podría concluir que la Magna 4 es el preparado con mayor impacto sobre el cambio de pH ruminal. Además este producto puede actuar de forma más lenta que el resto (numéricamente). Esto le hace ser una formulación muy interesante para su incorporación como corrector en piensos para nutrición de ganado bovino.

EJEMPLO 3 Evaluación de la nutritiva de varias formulaciones de magnesio en ovejas.

Un rebaño de 150 ovejas fue cubierto a principios de Noviembre de 2010, en una cubrición controlada a partir de una sincronización controlada. Para el ensayo se utilizaron 116 ovejas gestantes de raza Rasa Aragonesa que se distribuyeron en 4 tratamientos, teniendo en cuenta el peso vivo ($51,6 \pm 0,75$) y la condición corporal ($3,26 \pm 0,04$). Cada tratamiento tenía 30 ovejas y disponían de concentrado y agua. Las dietas evaluadas fueron 4 tipos de piensos:

Las dietas evaluadas fueron 4 tipos de piensos:

1. Testigo: Las ovejas ($n=29$) recibían concentrado TESTIGO más paja durante la gestación y la lactación
2. Mg2: Las ovejas ($n=30$) recibían concentrado MAGNA 2 más paja durante la gestación y la lactación
3. Mg3: Las ovejas ($n=29$) recibían concentrado MAGNA 3 más paja durante la gestación y la lactación
4. Mg4: Las ovejas ($n=28$) recibían concentrado MAGNA 4 más paja durante la gestación y la lactación

El ensayo se llevó a cabo desde la semana previa a la cubrición hasta el día 45 de la lactación, momento en el cual se procede habitualmente al destete de los corderos.

La composición química de los piensos se adaptó a las diferentes fases fisiológicas de las ovejas durante el ensayo. Se aportaron piensos de mantenimiento, gestación y lactación. La composición química de los piensos se muestra en la Tabla 4.

En cada una de las fases, los piensos utilizados tenían una misma composición de ingredientes (Tercerilla, alfalfa, cebada, avena, torta de palmaste, girasol, harina de soja, melaza de caña de azúcar, carbonato cálcico, sal y aceite de palma) y sólo se variaba entre ellos el origen del magnesio. Los contenidos de Mg en los piensos fue de 0,15% para gestación y de 0,2% para lactación.

Tabla 4: Composición química de los piensos utilizados en el ensayo.

	Materia Seca (%)	Proteína Bruta (%)	Fibra neutro-detergente (%)	Fibra ácido-detergente (%)	Lignina ácido-detergente (%)	Cenizas (%)
Mantenimiento						
Testigo	88,7	17,8	37,65	16,68	3,26	7,89
Mg2	88,8	18,1	36,74	16,8	3,31	7,63
Mg3	88,5	18,4	36,61	17,29	3,29	7,73
Mg4	88,5	17,9	37,39	17,32	3,38	7,82
Gestación						
Testigo	88,4	18,1	30,31	12,72	3,03	8,73
Mg2	88,5	17,8	32,39	14,31	3,11	8,75
Mg3	88,4	18	29,4	13,25	3,34	8,83
Mg4	88,6	18,2	30,55	13,22	3,08	8,79
Lactación						
Testigo	88,6	19,5	31,67	13,12	2,3	8,73
Mg2	88,9	20	32,02	13,08	2,34	8,58
Mg3	88,8	19,6	33,37	13,77	2,52	8,63
Mg4	88,6	19	32,99	13,34	2,51	8,70

Antes del inicio del ensayo, las ovejas estaban sometidas al manejo general del rebaño con una alimentación de mantenimiento basada en el pastoreo de praderas y con suplemento de alfalfa en grano y cebada.

- 5 Al iniciarse el ensayo, las ovejas se estabularon en tratamientos con unas medidas de 4x8m, en condiciones idénticas. Cada tratamiento disponía de suministro de agua y de cama de paja. En todos los tratamientos, los animales disponían de paja a voluntad.

- 10 Durante el parto se llevó a cabo un control exhaustivo con el fin de evitar las muertes perinatales. Los corderos se pesaban al nacer, se les cortaba y desinfectaba el cordón umbilical. A cada uno se le asignó un número identificativo, quedando marcados mediante crotal y tatuaje, y se identificaba la madre.

- 15 Una vez identificada la madre, se separaba con sus crías en compartimentos individuales durante un periodo variable, dependiendo si el parto había sido simple o múltiple. Una vez que las crías superaban con éxito las primeras horas de vida (24-48h) volvían a su respectivo tratamiento hasta el final de la lactación (día 45).

- 20 El análisis estadístico se realizó mediante el programa estadístico SAS 9.1 (SAS Inst. Inc., Cary, USA) para cada una de las fases, gestación y lactación.

- 25 El peso, condición corporal y los perfiles metabólicos y minerales de las ovejas se analizaron usando un modelo mixto de medidas repetidas incluyendo el tipo de gestación/lactación (simple o múltiple), tipo de magnesio incluido en el pienso, el día de gestación/lactación y sus interacciones como efectos fijos, mientras que el animal se consideraba efecto aleatorio. Las diferencias en condición corporal y peso de las ovejas en cada una de las fases fueron analizadas mediante un Análisis de Varianza (ANOVA) usando el método de modelos lineales generalizados (GLM), siendo el tipo de magnesio incluido en el pienso, tipo de gestación/lactación y su interacción los efectos
30 fijos. Cuando un efecto no era significativo se eliminaba del modelo y se repetía el análisis.

En los corderos, se analizó el peso con un modelo mixto de medidas repetidas incluyendo el tipo de lactación (simple o doble), el sexo (macho o hembra), la edad y el

tipo de magnesio en el pienso y sus interacciones como efectos fijos, y el animal como efecto aleatorio. La fecha de nacimiento y ganancia media diaria de los corderos se analizó mediante un ANOVA con el tipo de lactación, el sexo, el tipo de magnesio en el pienso, y sus interacciones como efectos fijos. Cuando un efecto no era significativo se
5 eliminaba del modelo y se repetía el análisis.

El análisis de variables no continuas, como el porcentaje de partos simples o múltiples, se realizó mediante la prueba Chi-cuadrado.

10 Las diferencias entre medias se consideraron estadísticamente significativas cuando los valores P (probabilidad de la hipótesis nula) fueron menores de 0,05. Para la separación de medias se aplicó la prueba de Tukey.

Durante el ensayo se llevaron a cabo los siguientes controles:

15

1) Composición química de los piensos

Se tomaron muestras mensuales del pienso ofrecido a las ovejas para la determinación de la composición química. Las muestras se desecaron en estufa para
20 determinar el contenido en materia seca (MS). Se determinó la cantidad de proteína bruta mediante el procedimiento Dumas (AOAC, 1999) usando un Analizador de nitrógeno y proteína (Modelo NA 2100, CE Instruments, Thermoquest S.A., Barcelona). Además se determinó la fibra ácido detergente, fibra neutro-detergente y lignina ácido detergente por el procedimiento de van Soest (1991) con un analizador
25 de fibra Ankom (Modelo 200/220, Ankom Technology). Las cenizas se obtuvieron por diferencia en el peso antes y después de introducir las muestras durante 24 horas en una mufla.

No hubo diferencias entre tipos de piensos en ningún compuesto estudiado. Los
30 piensos utilizados en la fase lactación fueron más ricos que los utilizados en las anteriores fases, con el objetivo de cubrir las necesidades de las ovejas que en esta fase son las más elevadas. Por ello, todos los piensos de lactación presentaban un mayor contenido en proteína bruta y menor contenido en fibra neutro-detergente y lignina ácido-detergente que los piensos de la fase de mantenimiento.

2) *Peso vivo y nota de condición corporal de las ovejas*

El peso vivo se determinó en el momento de la cubrición y cada 21 días a partir del inicio del ensayo, momento en el que las ovejas estaban en el primer mes de gestación. Tras el parto los controles se realizaron semanalmente. El peso se registró a primera hora de la mañana con una balanza electrónica (precisión ± 500 g), siempre a primera hora de la mañana.

En las mismas fechas de control de peso vivo se estimó la condición corporal (CC) con una escala de 1 a 5 y una apreciación de 0,25 puntos, según el método propuesto por Russel *et al.* (1969). [A. J. F. Russel, J. M. Doney, R.G. Gunn, "Subjective assessment of body fat in live sheep", J. Agric. Sci. (Camb.) (1969), 72, 451-454].

La estimación se realizó a partir de la puntuación que daban dos técnicos entrenados para llevar a cabo dicha estimación.

Las ovejas en general, presentaban un peso vivo de acuerdo con el estándar racial. El tipo de magnesio en el pienso no tuvo efecto significativo sobre el peso vivo de las ovejas durante la gestación. Durante esta fase, la evolución del peso vivo fue similar en los cuatro tratamientos, incrementando paulatinamente el peso, de 52 a 66 Kg.

Los pesos vivos de las ovejas al inicio de la lactación fueron de media $60 \text{ kg} \pm 5,8$ mientras que al final de la lactación los pesos medios fueron de $58 \text{ kg} \pm 5,6$. Al inicio de la lactación las ovejas de los tratamientos Mg3 y Mg4 presentaron pesos superiores a los restantes tratamientos aunque no de forma estadísticamente significativa.

Condición Corporal (CC)

La CC al inicio de la gestación y al parto no estuvo afectada por el tipo de magnesio incluido en el pienso. La CC inicial del ensayo fue de 3,29, la cual es adecuada para el inicio de la gestación. En cuanto a la CC fue estable y similar entre tratamientos hasta el día 47 de gestación, momento a partir del cual incrementó de forma significativa dicha nota. Dicha CC incrementó hasta el día 88 (inicio del último tercio de gestación). A partir de este momento y hasta el final de la gestación no se registró

Durante la lactación, la CC evolucionó de manera diferentes según el tipo de magnesio incluido en el pienso ($P < 0,001$). Al inicio de la lactación no hubo diferencias significativas de la CC pero se redujo de manera diferente según el tipo de magnesio. Al final de la lactación, los tratamientos Mg3 y Mg4 tuvieron mayor CC que los
5 tratamientos Mg2 y Testigo.

3) Peso vivo de los corderos

Los corderos se pesaron al nacimiento y cada semana hasta el final de la lactación. La ganancia media diaria (GMD, en g) se calculó por regresión lineal de los pesos
10 registrados entre el nacimiento y el destete.

Efecto del tipo de magnesio incluido en el pienso y el tipo de lactación sobre los rendimientos de los corderos

15

El tipo de magnesio incluido en el pienso recibido durante la gestación no afectó de forma significativa en el peso vivo al nacimiento ($P > 0,05$). Sin embargo, el tipo de magnesio incluido en el pienso afectó al peso de los corderos desde la primera semana de vida hasta el destete (FIG. 3).

20

Desde la primera hasta la tercera semana, los corderos de tratamiento Mg4 presentaron mayor peso que los corderos del tratamiento Mg3. mientras que los corderos de los otros dos tratamientos presentaban pesos intermedios. En la 4 y 5 semana, los corderos del tratamiento Mg4 fueron más pesados que los de los
25 tratamientos Mg3 y Mg2. En el destete, los corderos del tratamiento Mg4 fueron mas pesados que el resto de corderos.

En la ganancia media diaria se observa un efecto significativo del tipo de magnesio incluido en el pienso, destacando el tratamiento Mg4 (FIG. 4).

30

4) Perfiles metabólicos y contenidos en minerales de las ovejas durante la gestación y lactación

Los días de control se tomaron muestras de sangre a partir de la vena yugular con tubos de vacío de 5 ml (Venoject, Terumo Europe). Se tomaron muestras en tubo con Heparina-Li y en tubo con EDTA como anticoagulantes, para los análisis de minerales y de metabolitos respectivamente. Tras la extracción, los tubos se centrifugaron durante 20 minutos a 3500 rpm y 4°C para obtener el plasma y congelarlo a -20°C hasta su posterior análisis.

La concentración plasmática de los tres metabolitos analizados se realizó con un analizador automático (Olympus AU400). Los coeficientes medios de variación intra y entre análisis fueron de 1,0 y 2,4%, respectivamente. La concentración de urea se determinó según el Método glutamado deshidrogenasa. Los reactivos procedían de la misma casa comercial (Olympus System reagent, Olympus). La concentración de ácidos grasos no esterificados (AGNE) en plasma se analizó con el método de acil-coenzima y la concentración de-hidroxi-butirato (BHB) se realizó mediante el método enzimático NAD dependiente.

El contenido en -hidroxibutirato previo a la cubrición fue de 0,19 a 0,15 mmol/l, no registrándose diferencias entre tratamientos. La evolución durante la gestación de los contenidos en los cuatro tratamientos fue similar entre ellos.

En cuanto al contenido de Urea: No aparecieron diferencias ligadas al tipo de magnesio incorporado al pienso durante la gestación. Los contenidos medios en esta fase estuvieron comprendidos entre 6,1 y 7,6 mmol/l.

Los contenidos en ácidos grasos no esterificados (AGNE) en sangre fueron similares entre tratamientos durante toda la gestación y tampoco difirieron significativamente durante el período de lactación.

Para la determinación de la concentración de minerales en plasma se tomaron 0,3 ml de suero. Se añadió una solución de agua acidificada al 1% con ácido nítrico hasta un volumen de 20ml. La concentración plasmática de los minerales se realizó por espectrometría de emisión atómica en plasma de acoplamiento inductivo (Modelo ACTIVA M, Horiba Jobin Yvon). Las longitudes de onda de emisión fueron: 254 nm para el fósforo, 370 y 423 nm para el calcio, 384 nm para el Magnesio, 590 nm para el

sodio y 770 nm para el potasio.

El contenido de sodio y potasio presentó una evolución muy similar durante la gestación y lactancia. Al final de la gestación, los tratamientos Mg4 y Mg3 presentaron una mayor concentración de sodio y potasio que el tratamiento Mg2. La concentración del tratamiento Mg3 fue menor que en los restantes tratamientos al final de la lactación.

En cuanto al contenido de fósforo, durante la gestación, la concentración de fósforo no presentó diferencias entre tratamientos para ninguno de los días de muestreo. Dicha concentración tampoco fue diferente entre tratamientos durante los días de lactación. El contenido en magnesio en sangre siguió una evolución similar a la observada en el sodio y potasio.

El tratamiento Mg4 presentó mayor concentración de calcio que el que el resto de los tratamientos tanto al final de la gestación como al final de la lactación (y presentando misma significación, $(P < 0,05)$).

Realmente pocas diferencias y no muy atribuibles al tratamiento de Mg empleado se encuentran para los metabolitos y minerales en sangre, algo en el caso del calcio especialmente coincidiendo con la mezcla M4 y algo menos diferenciado en el caso del sodio y potasio, donde M3 y M4 presentan mayores concentraciones también al final de la gestación.

Los resultados más significativos se resumen a continuación:

El tipo de magnesio incluido en el pienso no tuvo efectos sorprendentes en los parámetros evaluados en las ovejas durante todo el ensayo (mantenimiento, gestación y lactancia). Por lo tanto, cualquiera de las composiciones evaluadas se podría utilizar como aditivo de los piensos que componen las dietas de ovejas, pero la mezcla Mg4 mostró una afección positiva al peso de los corderos desde la primera semana de vida hasta el destete. Por ello esta formulación se aconseja especialmente interesante para este tipo de piensos.

EJEMPLO 4 Evaluación de la nutritiva de varias formulaciones de magnesio en corderos durante de cebo.

Tras el éxito del ensayo en ovejas se quiso corroborar su efecto sobre cordero,
5 producción de carne.

De un rebaño de raza Aragonesa se seleccionaron 56 corderos machos con un peso medio de 4.0 kg (± 0.52) procedentes de parto simple según su peso al destete. Los corderos se distribuyeron en 4 tratamientos, teniendo en cuenta el peso vivo al destete
10 (12,6 \pm 1,53). Cada tratamiento tenía 14 corderos y deponían de concentrado, paja y agua. Se suministró el mismo tipo de pienso, siendo la única variación la fuente de magnesio:

1. Testigo: Los corderos (n=14) recibían concentrado que aportaba el magnesio en
15 forma 100% Mg cáustico.

2. Mg2: Los corderos (n=14) recibían concentrado de Mezcla 2 que aportaba el magnesio.

20 3. Mg3: Los corderos (n=14) recibían concentrado que aportaba el magnesio de Mezcla 3.

4. Mg4: Los corderos (n=14) recibían concentrado que aportaba el magnesio de
25 Mezcla 4.

El ensayo se llevó a cabo desde el momento del destete de la madre hasta que los corderos sobrepasaban los 22,3 kg.

Los piensos utilizados se obtuvieron a partir de un único pienso (87,6% materia seca,
30 17,1% proteína bruta, 4,52 grasa bruta, 102,82 UFC) compuesto por 37,5% maíz, 7,5% trigo, 6,5% cebada, 5,0% palmaste, 14,7% tercerilla, 22% harina de soja, 0,7% aceite de palma, 1,3% grasa bypass, 1,5% melaza de caña, 1% aglomerante, 0,3% sal, 1,1% carbonato cálcico, 0,5% bicarbonato sódico, 0,4% corrector mineral y vitamínico y sólo se variaba entre ellos el origen del magnesio.

Las ovejas estaban sometidas al manejo general del rebaño con una alimentación de mantenimiento basada en el pastoreo de praderas y con la suplementación de alfalfa en grano y cebada. Tras el parto, a los corderos se les cortaba y desinfectaba el cordón umbilical y se pesaban al nacer. A cada uno se le asignó un número
 5 identificativo, quedando marcados mediante crotal y tatuaje, y se identificaba la madre. Durante la lactación, las ovejas y corderos se manejaron de la manera habitual del rebaño experimental.

El ensayo se inició en el momento en el que se procedió al destete de los corderos.
 10 Los corderos se estabularon en corrales con unas medidas de 4x8m, en condiciones idénticas. Los corderos se distribuyeron de manera aleatoria en 2 corrales por tratamiento (ver Tabla 5). Cada corral disponía de suministro de agua y de cama de paja. En todos los tratamientos, los animales disponían de paja a voluntad.

15 Tabla 5: Distribución de corderos en corrales en función de la composición de la invención recibida.

Lote Testigo		Lote Mg2		Lote Mg3		Lote Mg4	
Corral 8	Corral 7	Corral 6	Corral 5	Corral 4	Corral 3	Corral 2	Corral 1

El análisis estadístico se realizó mediante el programa estadístico SAS 9.1 (SAS Inst.
 20 Inc., Cary, USA). El peso, la concentración de minerales en el plasma de los corderos, el color de la carne y la oxidación lipídica se analizaron usando un modelo mixto de medidas repetidas incluyendo el tipo de magnesio incluido en el pienso, el día de ensayo o el tiempo de maduración y su interacción como efectos fijos, mientras que el animal se consideró efecto aleatorio. La ganancia de peso, características de la canal
 25 y el pH de la carne fueron analizada mediante un Análisis de Varianza (ANOVA) usando el método de modelos lineales generalizados (GLM), siendo el tipo magnesio incluido en el pienso el efecto fijo. La ingestión diaria de pienso de los corderos fue analizada mediante un ANOVA, siendo el tipo magnesio incluido en el pienso y el corral los efectos fijos. Cuando un efecto no era significativo se eliminaba del modelo y
 30 se repetía el análisis. Las diferencias entre medias se consideraron estadísticamente

significativas cuando los valores P (probabilidad de la hipótesis nula) fueron menores de 0,05. Para la separación de medias se aplicó la prueba de Tukey.

5 El ensayo se comenzó con 56 corderos, de los cuales uno del lote Testigo murió por urolitiasis y uno del lote Mg3 debió excluirse del ensayo porque presentó una ganancia de peso inferior a los 100 gramos al día, no alcanzando el peso al sacrificio fijado al final de la experiencia.

Durante el ensayo se llevaron a cabo diversos controles:

10

1) Control de la composición química de los piensos:

15 Se tomaron muestras quincenales del pienso ofrecido a los corderos para la determinación de la composición química. Las muestras se desecaron en estufa para determinar el contenido en materia seca (MS). Se determinó la cantidad de proteína bruta mediante el procedimiento Dumas (AOAC, 1999) usando un Analizador de nitrógeno y proteína (Modelo NA 2100, CE Instruments, Thermoquest S.A., Barcelona). La grasa bruta se cuantificó mediante el método AOCS Am 5-04 en un extractor Ankom (Modelo XT10, Ankom Technology, Madrid). Las cenizas se
20 obtuvieron por diferencia en el peso antes y después de introducir las muestras durante 24 horas en una mufla.

25 La composición química del pienso se adaptó a las necesidades de crecimiento de los corderos durante el cebo. No hubo diferencias entre los tipos de piensos en ningún compuesto estudiado. Los contenidos en minerales de los concentrados se adecuan a las necesidades de los corderos. Según el NRC (1985), el ovino admite dietas con un contenido en magnesio menor a 0.5% sobre materia seca. En el presente estudio el contenido está entre 0.40 y 0.41%. Estudios consultados muestran que las concentraciones de estos minerales son similares al presentado en este estudio
30 (Zervas et al., 2001; Freeman et al., 2010). [G. Zervas, M. Rissaki, S. Deligorgis, "Free-choice consumption of mineral lick blocks by fattening lambs fed ad libitum alfalfa hay and concentrates with different trace mineral content", *Livestock Production Science*) (2001), 68, 251-258]. [S.R. Freeman, M.H. Poore, G.A. Young, K.L. Anderson, *Small Ruminant Res.* (2010), 93, 94-102].

2) Control del peso vivo de los corderos

El peso vivo se determinó en el nacimiento, destete y semanalmente desde el destete hasta el sacrificio. El peso se registró cada martes a las 8.00 am con una balanza
5 electrónica (precisión ± 50 g). La ganancia media diaria (GMD, en g) se calculó por regresión lineal de los pesos registrados entre el nacimiento y el destete.

El tipo de magnesio en el pienso no tuvo efecto significativo sobre el peso vivo de los corderos durante el cebo. La evolución del peso vivo de los corderos fue similar en los
10 cuatro tratamientos, incrementando, desde un peso medio de 12,6 Kg, paulatinamente el peso hasta los 22,3 kg fijados para el sacrificio a los 36-39 días. La ingestión diaria y total de pienso y la eficiencia en la transformación de alimento fueron similares entre tratamientos.. La ganancia media diaria tampoco estuvo afectada por el tipo de concentrado

15

3) Control de la ingestión de pienso de los corderos

Cada martes a las 8.00 a.m. se anotaba la cantidad de pienso ofertada y el rehusado por corral.

20

La ingestión diaria y total de pienso y la eficiencia en la transformación de alimento fueron similares entre tratamientos

4) Control de los contenidos en minerales de la sangre de los corderos

25

El día inicial, a mitad de ensayo y el día del sacrificio, antes y después de éste se tomaron muestras de sangre a las 8.00 am a partir de la vena yugular con tubos de vacío de 5 ml (Venoject, Terumo Europe, España). Se tomaron muestras en tubo con Heparina-Li como anticoagulantes para los análisis de minerales. Tras la extracción,
30 los tubos se centrifugaron durante 20 minutos a 3500 rpm y 4°C para obtener el plasma y congelarlo a -20°C hasta su posterior análisis.

Para la determinación de la concentración de minerales en plasma se tomaron 0,3 ml de suero. Se añadió una solución de agua acidificada al 1% con ácido nítrico hasta un

volumen de 20ml. La concentración plasmática de los minerales se realizó por espectrometría de emisión atómica en plasma de acoplamiento inductivo (Modelo ACTIVA M, Horiba Jobin Yvon, Francia). Las longitudes de onda de emisión fueron: 254 nm para el fósforo, 370 y 423 nm para el calcio, 384 nm para el Magnesio y 590 nm para el sodio.

La concentración de los minerales en la sangre de los corderos evolucionó de manera similar en todos los minerales estudiados excepto en el potasio, que presentó diferencias a mitad del cebo. En un estudio donde se evaluaba la concentración plasmática del ovino desde el nacimiento hasta la oveja adulta (Long et al., 1965) [D.E. Ullrey, E. R. Miller, C.H. Long, B. H. Vincent, (1965a). J. Anim. Sci. 24, 135. D.E. Ullrey, E. R. Miller, C.H. Long, B. H. Vincent, (1965b). J. Anim. Sci. 24: 141], concluyeron que los minerales Ca y P alcanzan un máximo a los 2 y 5 días de vida, respectivamente, momento a partir del cual va disminuyendo hasta alcanzar la madurez. En cuanto al Mg se observó que aumentaba durante el crecimiento y al alcanzar el estado de madurez, siendo más elevado durante la gestación que en los corderos jóvenes. El K disminuye suavemente a medida que la madurez y el crecimiento avanzan. Finalmente, el Na se mostro muy variable.

20 5) Sacrificio de los animales

Cuando los corderos alcanzaron el peso vivo (PV) propio de la categoría ternasco (22-24 kg PV) fueron sacrificados en el matadero de la Unidad de Tecnología en Producción Animal del CITA al sobrepasar los 22,3 kg, siguiendo la normativa sobre protección de animales de la UE (Directiva 93/119/CE, RD 54/1995). Tras el sacrificio y faenado se registró el peso la canal caliente (PCC). Seguidamente, las canales se conservaron a 4°C en una cámara de refrigeración durante 24 horas.

Las canales frías se pesaron y se obtuvo el peso de la canal fría (PCF). Se calculó el rendimiento canal por diferencia entre el peso canal fría y peso vivo al sacrificio. Además se calcularon las pérdidas por oreo por diferencia entre el peso canal caliente y el peso canal fría.

El tipo de magnesio incluido en el pienso no influyó en ninguna de las características de la canal evaluadas.

Las carnes se dividieron en dos mitades y de la media canal izquierda se extrajo el músculo *Longissimus dorsi*. Se tomaron muestras para determinar el color del L. thoracis y la oxidación lipídica. Se cortaron 4 filetes de 2 cm de espesor entre las 5 vertebras torácicas 7-13. Cada filete aleatoriamente era asignando a uno de las cuatro bandejas de poliexpan (0, 2, 5 y 7 d de almacenado), tapadas con film y mantenidas en la oscuridad a 4°C hasta el tiempo correspondiente de medida del color. Las 10 muestras de 0 d se realizaba la determinación del color 1 h después del corte. La medida se realizó sobre una placa blanca estándar (Panea *et al.*, 2010) [B. Panea, C. Sañudo, J.L. Olleta, I. Sierra, "Caracterización de la canal y la carne de la raza bovina Menorquina. Archivos de Zootecnia", (2010) 59, 467-470.] para estandarizar las lecturas y minimizar el error. En la determinación del color del músculo se registraron 15 los mismos parámetros y calculó el tono y la saturación que para la grasa. Inmediatamente después de las medidas de color, las muestras eran congeladas (-20°C) hasta los posteriores análisis de oxidación lipídica.

Para determinar la oxidación lipídica se tomaron 10 gramos de carne y se mezclaron 20 con 20 ml ácido tricloroacético al 10%, usando un homogenizador Micra D8 (Labolan, Spain). Seguidamente las muestras eran centrifugadas a 3500 rpm durante 30 min a 4°C. El sobrenadante se filtraba a través de un filtro de papel (Filterlab, Barcelona, Spain). Dos ml de sobrenadante filtrado se mezclaba con 2 ml de ácido tiobarbitúrico (20 mM) y se agitaba. Tubos se homogenizaban e incubaban en agua a 97°C durante 25 20 min. La absorción se media a 532 nm mediante un espectrofotómetro Helios Beta (Thermo Electron Corporation, España). El valor de la oxidación se expresa en mg de malonaldehído por kg de carne (mg MDA/kg carne).

La grasa de los corderos que recibieron los piensos testigo y Mg2 fue más luminosa 30 presentó un menor índice de amarillo y una menor saturación que la de los corderos que recibieron los piensos Mg3 y Mg4.

El pH de la carne fue similar entre los tratamientos estudiados.

El color de la carne no difirió con el tipo de magnesio incluido en el pienso pero si con el tiempo de exposición al oxígeno.

Los resultados más significativos se resumen a continuación:

5

El tipo de magnesio incluido en el pienso no tuvo efectos sobre los rendimientos ni sobre la calidad de la canal y la carne. Por lo tanto, cualquiera de las composiciones evaluadas se podría utilizar como aditivo de los piensos que componen las dietas de cebo de corderos.

10

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de obtención de una composición, que comprende las siguientes etapas:
- 5 a) calcinar magnesita a una temperatura de llama de entre 800 y 1150°C, hasta obtener una pérdida por ignición de entre 3 % a 10 %,
b) mezclar el producto derivado de la calcinación de la etapa (a) con hidróxidos, carbonatos metálicos o una combinación de los mismos,
c) opcionalmente, moler la mezcla obtenida en la etapa (b) hasta obtener un
- 10 tamaño de partícula por debajo de 1000 µm.
2. Procedimiento, según la reivindicación anterior, donde la temperatura a la que se lleva a cabo el proceso de calcinación de la magnesita de la etapa a) es de entre 1000°C y 1150°C.
- 15
3. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, donde los hidróxidos utilizados en la etapa b) proceden de la hidratación de fracciones finas excedentes de la calcinación de la etapa (a) o de magnesita calcinada.
- 20
4. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde los metales que forman los carbonatos utilizados en la etapa b) se seleccionan de la lista que comprende Mg, Ca, Fe o una combinación de los mismos.
5. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde la mezcla
- 25 obtenida en la etapa (b) se muele en la etapa (c) hasta obtener un tamaño de partícula por debajo de 800 µm.
6. Procedimiento, según la reivindicación anterior, donde la mezcla obtenida en la etapa (b) se muele en la etapa (c) hasta obtener un tamaño de partícula por debajo
- 30 de 500 µm.
7. Procedimiento, según la reivindicación anterior, donde la mezcla obtenida en la etapa (b) se muele en la etapa (c) hasta obtener un tamaño de partícula por debajo de 200 µm.

8. Composición obtenida por el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 caracterizada por tener un porcentaje de MgO de entre 68 % y 72 %.
- 5 9. Uso de la composición, según la reivindicación anterior, como aditivo para piensos.
- 10 10. Uso de la composición, según la reivindicación anterior, como aditivo para piensos de rumiantes.
- 11 11. Uso de la composición, según la reivindicación 9, como corrector de pH gástrico animal y/o fuente de magnesio.
- 15 12. Uso de la composición, según la reivindicación anterior, como corrector de pH gástrico animal y fuente de magnesio.

FIG. 1.

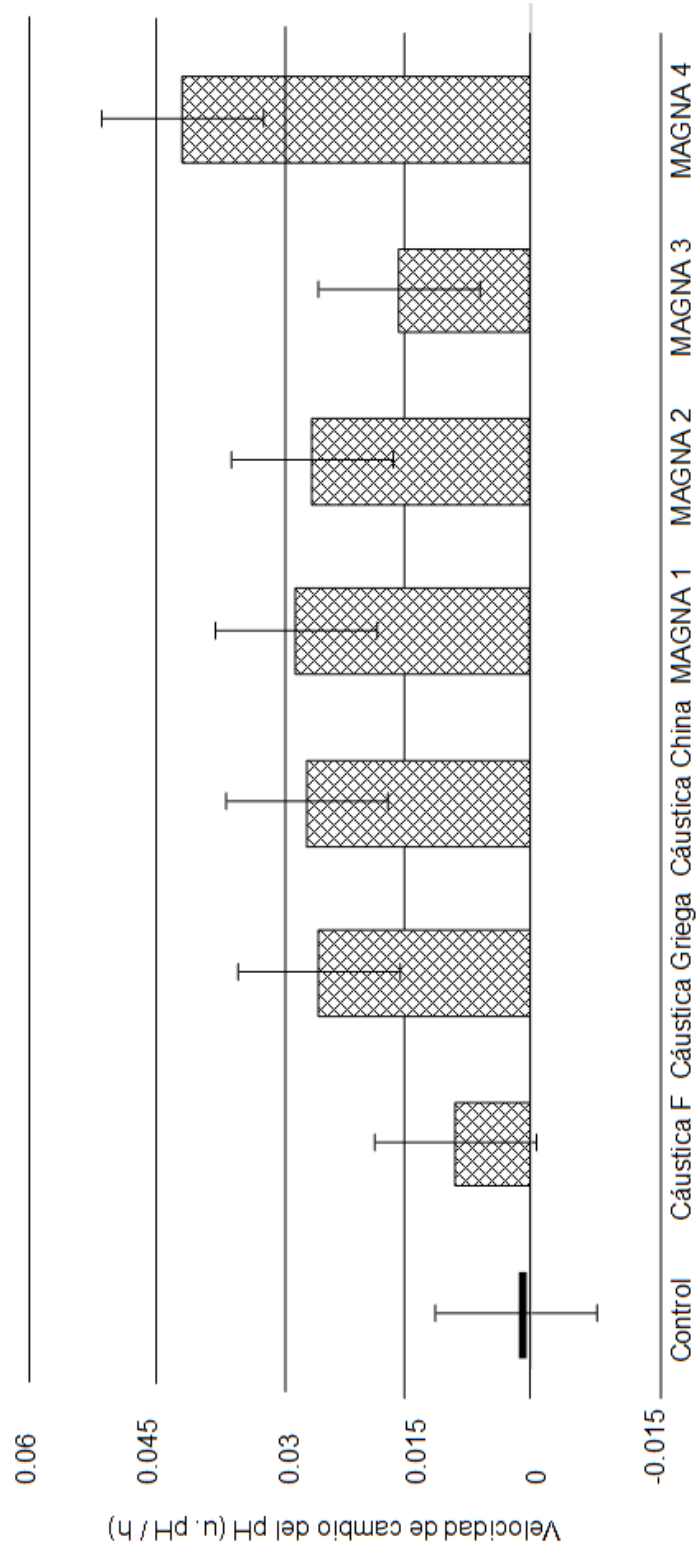


FIG. 2.

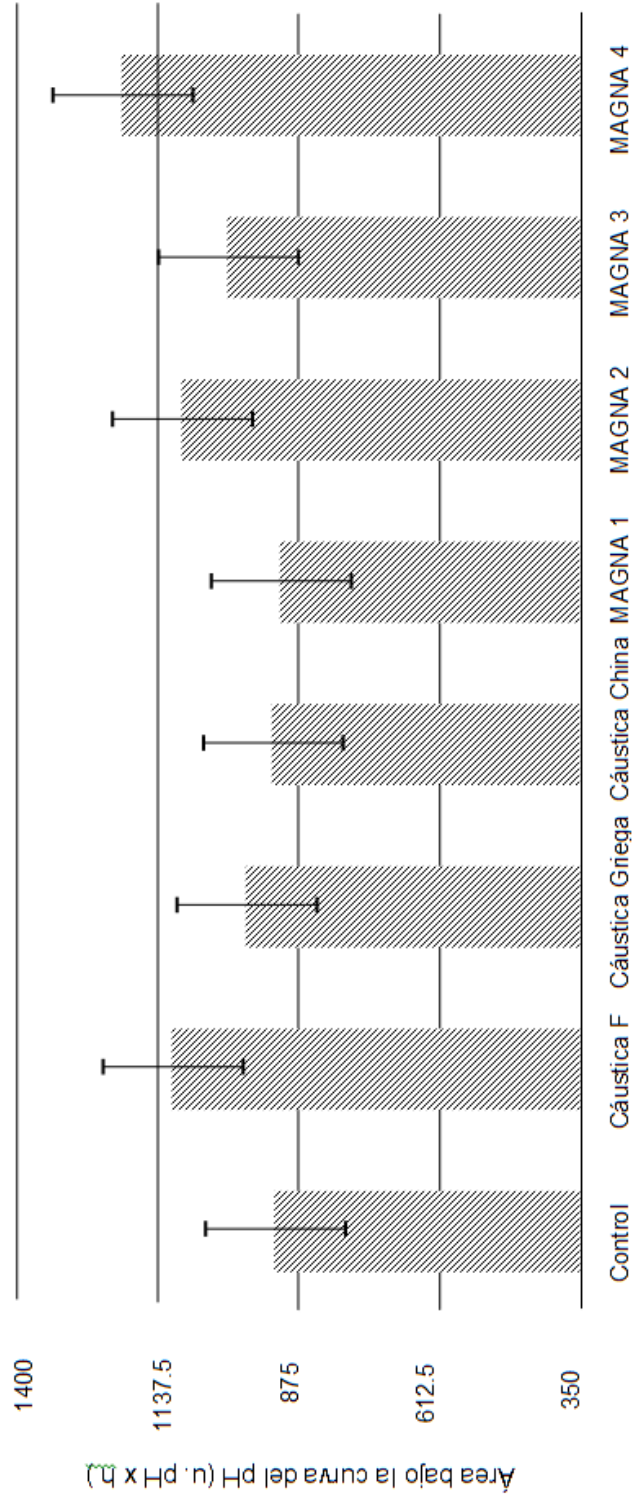


FIG. 3.

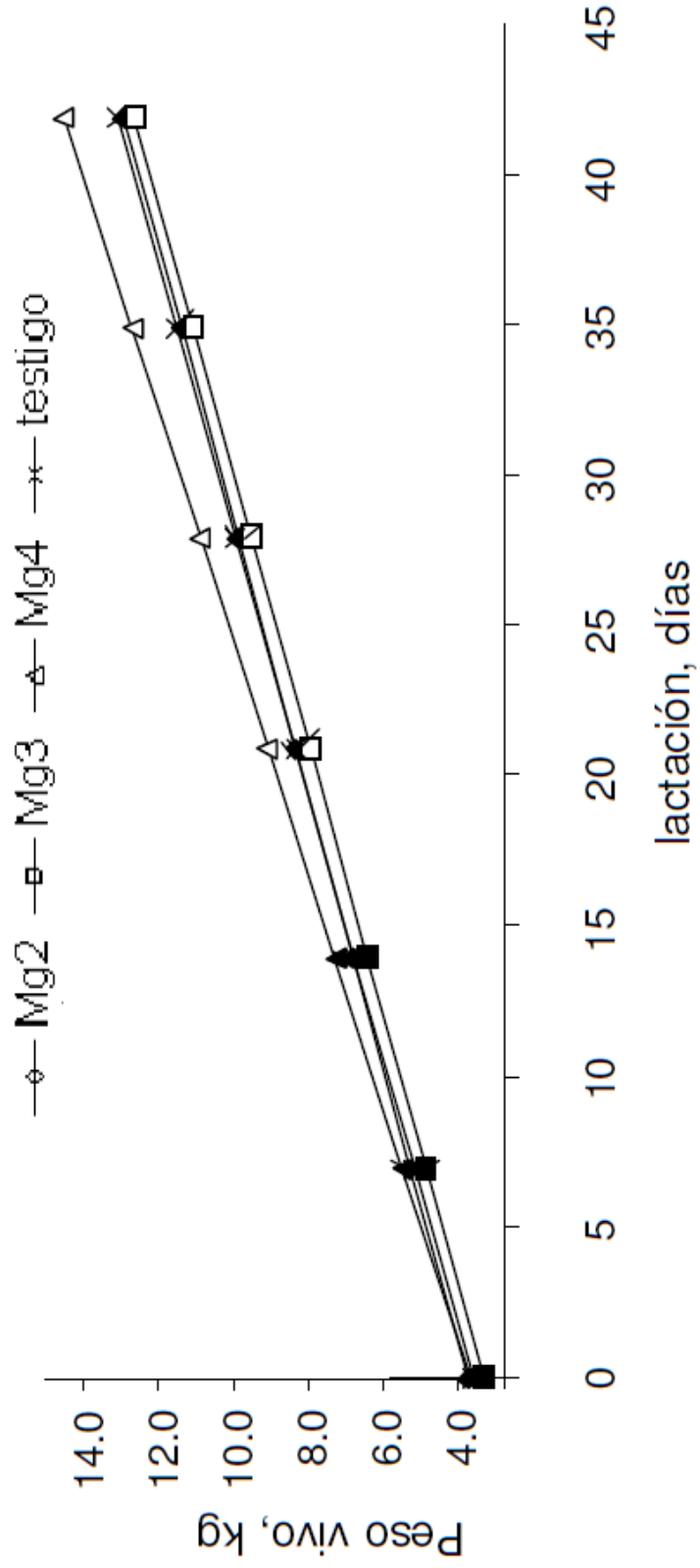
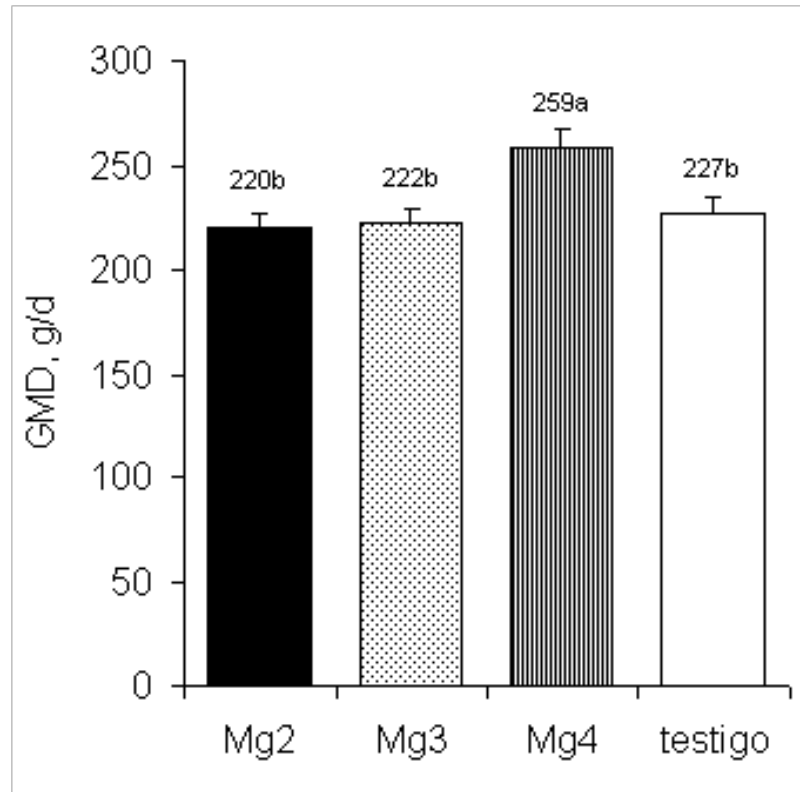


FIG. 4.





- ②① N.º solicitud: 201431251
②② Fecha de presentación de la solicitud: 22.08.2014
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **A23K50/10** (2016.01)
A23K20/24 (2016.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	CCM RKM 83 FINES. En: Caustic magnesia for animal feed. 07.03.2014. Recuperado de Internet [en línea] [recuperado el 28.01.2016] http://rhi-ag.com/internet_en/products_solutions_en/raw_materials_en/raw_materials_sales_en/raw_materials_sales_en/raw_materials_sales_animal_en/	1-12
Y	US 4888185 A (MILLER ALEX E) 19.12.1989, columna 3, líneas 7-27; columna 4, líneas 39-68; tabla I.	1-12
Y	US 4729896 A (SAWHILL J WALLACE) 08.03.1988, columna 1 – columna 2, línea 51; columna 5, líneas 20-50; ejemplos 1,4.	1-12
Y	MESGARAN, et al. In vitro usage of various non-organic compounds to subdue acidogenic value and enhance the fermentation of alfalfa hay based diets by mixed rumen microbiota. International Journal of Livestock production, 2013, vol. 4, páginas 165-171.	1-12
A	VAN RAVENSWAAY, et al. Comparison of methods to determine relative bioavailability of magnesium in magnesium oxides for ruminants. Journal of dairy science, 1989, vol. 72, páginas 2968-2980.	1-12
A	HEMINGWAY, et al. Bioavailability assessment of granular calcined magnesites derived from magnesite rocks and of magnesium hydroxide powder in sheep. Journal of agricultural science, 1998, vol. 131, páginas 229-235.	1-12

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia
Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría
A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita
P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud
E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

<p>Fecha de realización del informe 28.01.2016</p>	<p>Examinador A. I. Polo Díez</p>	<p>Página 1/5</p>
---------------------------------------------------------------	----------------------------------------------	------------------------------

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

A23K

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, INTERNET, BD-TXTE, BIOSIS, HCAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 28.01.2016

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-12	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-12	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	CCM RKM 83 FINES.	07.03.2014
D02	US 4888185 A (MILLER ALEX E)	19.12.1989
D03	US 4729896 A (SAWHILL J WALLACE)	08.03.1988
D04	MESGARAN, et al	2013
D05	VAN RAVENSWAAY, et al.	1989
D06	HEMINGWAY, et al.	1998

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es, según la primera reivindicación, un **procedimiento** de obtención de una composición que **comprende** las etapas de

- a) calcinar magnesita a una temperatura de 800-1150°C hasta obtener una pérdida por ignición de entre 3 y 10%
- b) mezclar con hidróxidos y/o carbonatos metálicos

Las reivindicaciones dependientes 2 a 6 dan detalles del procedimiento como tipo de hidróxido o carbonato utilizado, así como tamaño de partícula a la que se muele la mezcla.

También es objeto de la invención, según la reivindicación 8, la **composición** obtenida por este procedimiento caracterizada por tener de una 68% a 72% de óxido de magnesio (MgO) y el **uso** de la composición como aditivo para piensos, en particular, para rumiantes (reivindicaciones 9 a 12).

El documento D01 es un catálogo de magnesias cáusticas comerciales adecuadas para la alimentación de rumiantes y otros animales que se obtienen calcinando magnesita a una temperaturas de entre 900 a 1100°C y moliendo. El catálogo muestra magnesias con diferentes porcentajes de MgO, pérdida por ignición, tamaños de partículas, etc. Por ejemplo, la denominada "CCM RKM 83 fines" tiene un tamaño de partícula inferior a 200 micras y una pérdida por ignición de un 3%.

El documento D02 se refiere a un suplemento alimenticio que se utiliza como tampón y aporte de elementos deficitarios en la dieta de los rumiantes y que incluye, entre otros ingredientes, óxido de magnesio y carbonato cálcico. El óxido de magnesio, finamente dividido (aproximadamente 150 micras) sirve tanto para corregir el pH del rumen como por su aporte de magnesio y puede ser obtenido por calcinado (columna 3, líneas 7- 27; columna 4, líneas 39-68; tabla I)

El documento D03 divulga suplementos para evitar la acidosis del rumen de los rumiantes y propone la utilización combinada de óxido de magnesio y carbonato y/o bicarbonato sódico (columna 1-columna 2, línea 51; columna 5, líneas 20-50; ejemplo 1; ejemplo 4).

El documento D04 compara el efecto que tiene suplementar la dieta con diferentes tampones sobre la acidosis de los rumiantes. Se prueban distintas proporciones de óxido de magnesio y bicarbonato sódico sólo o combinados con otros compuestos y el tampón "Herod", que contiene, entre otros productos, óxido de magnesio y carbonatos sódico.

En el documento D05 se estudian diferentes fuentes de magnesio (distinto origen y tamaño de partícula) para utilizar en alimentación de rumiantes. La mayor biodisponibilidad del magnesio se obtiene con una magnesita calcinada hasta una pérdida por ignición de 11%, de tamaño medio de partícula inferior a 200 micras y que, además de óxido de magnesio, contiene hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio y otras impurezas (tabla 2, producto C)

El documento D06 trata sobre la biodisponibilidad de magnesio como alimento para rumiantes. Como fuente de magnesio se utilizan magnesitas calcinadas de diferentes orígenes, con diferentes tamaños de partícula y diferentes porcentajes de pérdidas por ignición. Muchas de las magnesitas utilizadas en el estudio tienen una pérdida por ignición de entre 3 y 10% (ver tabla 1).

Novedad (art. 6.1 de la L.P.)

Ningún documento del estado de la técnica muestra todas las características técnicas presentes en las reivindicaciones 1 (de procedimiento) y 8 (de composición), por lo que tanto el procedimiento como la composición de la solicitud cumplen el requisito de novedad.

En consecuencia, también son nuevas las reivindicaciones dependientes 2-7 y las reivindicaciones que se refieren al uso de la composición (reivindicaciones 9 a 12).

Actividad inventiva (art. 8.1 de la L.P.)

El documento D01 es el documento más cercano del estado de la técnica ya que divulga un procedimiento que, como el de la reivindicación 1, comprende calcinar magnesitas a una temperatura de entre 900 a 1100°C y obtener magnesia cáustica con un porcentaje de pérdida por ignición de 3% y un tamaño de partícula inferior a 100 micras. Las magnesias cáusticas obtenidas, con un contenido en MgO del 83% son adecuadas para utilizar en alimentos de animales, es decir, se pueden utilizar mezcladas en el pienso o como ingrediente en composiciones y suplementos.

La diferencia del procedimiento divulgado en D01 con el de la reivindicación 1 de la solicitud es que en la solicitud después de calcinar la magnesita, se añaden hidróxidos o carbonatos con el objeto de que la composición, además de servir como suplemento de magnesio sirva como tampón en el rumen del ganado. Sin embargo, la utilización combinada de carbonatos con óxido de magnesio de cualquier origen para controlar el pH en los rumiantes y suplementar magnesio ya es conocida en el estado de la técnica (ver documentos D02, D03 o D04). Se considera, por tanto, que utilizar el procedimiento de calcinación de la magnesita divulgado en D01 para la obtención del óxido de magnesio que se va a añadir a cualquiera de los suplementos ya conocidos en D02, D03 o D04 sería una de las opciones obvias que un experto en la materia contemplaría sin ejercer actividad inventiva.

El resto de las reivindicaciones de procedimiento así como las reivindicaciones referidas a la composición y a sus usos, tal como están redactadas, también carecen de actividad inventiva a la vista de cualquiera de las combinaciones de documentos (D01/D02, D01/D03, D01/D04) ya que se refieren a detalles (como tamaño de partícula, proporciones de MgO en la composición, etc.) que, o bien se encuentran ya divulgados en los documentos del estado de la técnica, o bien son meras opciones ejecuciones particulares obvias para un experto en la materia a la vista de estos documentos.

Para que se pudiera reconocer actividad inventiva a la composición (y al procedimiento de obtención de la misma y a su uso), debería existir un efecto sorprendente asociado a la misma que debería reivindicarse en base a todas las características técnicas que la definen. En los ejemplos de la invención únicamente la mezcla 4 parece que proporciona unos mejores resultados en cuanto al control del pH y en cuanto al peso alcanzado por los cordero, por lo que se aconseja una nueva redacción de las reivindicaciones de procedimiento y composición que incluyan las características técnica que definen dicha mezcla.

Por lo tanto, las reivindicaciones 1 a 12, tal y como están redactadas, carecen de actividad inventiva.