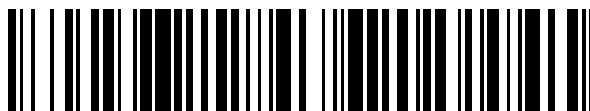


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 781 752**

51 Int. Cl.:

**A23K 10/12** (2006.01)

**A23K 20/142** (2006.01)

**A23K 20/158** (2006.01)

**A23K 40/10** (2006.01)

**A23K 40/30** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.10.2013** **E 13190055 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.02.2020** **EP 2865275**

54 Título: **Aditivo para piensos para animales que contiene L-aminoácido**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**07.09.2020**

73 Titular/es:

**EVONIK OPERATIONS GMBH (100.0%)**  
**Rellinghauser Straße 1-11**  
**45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**OELMANN, ANSGAR;**  
**ALT, HANS CHRSTIAN;**  
**BLÜMKE, WILFRIED;**  
**BECKER, FRANZ ULRICH y**  
**CONRAD, CHRISTOPHER JOHN**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 781 752 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**

Aditivo para piensos para animales que contiene L-aminoácido

5 La invención se refiere a aditivos para piensos que contienen L-aminoácido a base de caldo de fermentación, que contienen una sustancia tensioactiva, así como a un proceso de granulación para la producción de estos aditivos para piensos para animales, y se define mediante las reivindicaciones.

Estado de la técnica

10 Los piensos para animales se suplementan con aminoácidos individuales correspondientemente a la demanda de los animales. Para la suplementación de piensos para animales, por ejemplo con L-lisina, hasta el momento se emplea mayoritariamente el monohidrocloruro de L-lisina con un contenido en L-lisina de aproximadamente 80 %. Ya que la L-lisina se produce mediante fermentación, para la producción de monohidrocloruro, en primer lugar se separa una vez de todos los demás componentes del caldo de fermentación bruto en pasos de procedimiento costosos, después se transforma en el monohidrocloruro, y en último lugar se cristaliza. En este caso se produce un gran número de productos secundarios y los reactivos necesarios para la elaboración como residuo. Por lo tanto, ya que en este caso no siempre es necesario el suplemento de pienso para animales, y además en los productos secundarios de fermentación están aún contenidos con frecuencia materiales reutilizables eficaces desde el punto de vista nutricional, en el pasado no han faltado intentos de evitar la costosa producción de aminoácidos para piensos, en especial de monohidrocloruro de L-lisina puro, y transformar el caldo de fermentación bruto en un pienso para animales sólido de manera más rentable.

20 El documento EP 0 533 039 se refiere a procedimientos para la producción de un suplemento para piensos para animales de aminoácido a base de caldo de fermentación, pudiéndose obtener el suplemento directamente mediante secado por pulverización a partir del caldo de fermentación. A tal efecto, en una variante se separa una parte de biomasa antes del secado por pulverización.

25 En el documento EP 0 615 693 se da a conocer un procedimiento para la producción de un aditivo para piensos para animales a base de caldo de fermentación, en el que el caldo de fermentación, en caso dado tras eliminación de las sustancias constitutivas, se seca por pulverización para dar un grano fino que tiene como mínimo 70 % en peso de un tamaño de partícula máximo de 100 µm, y además este grano fino se estructura en una segunda etapa para dar un granulado, que contiene como mínimo 30 % en peso de grano fino.

30 Según el documento GB 1 439 728 se produce un concentrado que contiene L-lisina a partir de un caldo de fermentación, que se acidifica con HCl a un pH de aproximadamente 6,4 antes de la concentración, y al que se añade bisulfito para la estabilización. Tras la concentración por evaporación se acidifica adicionalmente a un valor de pH de 4,0 y se obtiene el producto deseado mediante secado por pulverización.

En el documento EP 0 809 940 B1 (US 5,840,358) se describe un aditivo para piensos para animales basado en caldo de fermentación, que se obtiene en forma granulada en un lecho fluidizado. Sin embargo, la abrasión de polvo en la elaboración subsiguiente es un inconveniente de este producto.

35 Por este motivo, en el documento GB 2 293 304 A se describe la adición complementaria de aditivos en la elaboración posterior, como la pulverización de aerosoles de aceites minerales, para la supresión de la formación de polvo.

40 En el documento WO 2004/054381 se describe la producción de un pienso que contiene lisina, basado en caldo de fermentación, y la adición de aditivos en la elaboración, citándose la adición de aceites minerales, aceites vegetales o mezclas de aceites vegetales, en especial aceite de habas de soja, aceite de oliva y mezclas de aceite de habas de soja con lecitina, para influir sobre la abrasión de los granulados y la formación de polvo.

Por regla general, un inconveniente de tales productos granulados es la baja densidad aparente posterior de los granulados, no influenciable, lo que produce inconvenientes en los volúmenes de envases y, de este modo, costes de transporte intensificados.

45 En el documento WO 2004/054381 se describe que, mediante la adición posterior de aceite, se puede obtener un aumento de la densidad aparente, pero a tal efecto es necesario un paso de procedimiento adicional.

Por lo tanto, era tarea de la invención poner a disposición un procedimiento con el que se pudiera aumentar la densidad aparente del producto granulado por pulverización ya durante la producción en la granulación.

Otra tarea de la presente invención era poner a disposición un proceso de granulación mejorado, y preferentemente más eficiente desde el punto de vista energético.

5 Sorprendentemente se descubrió que, mediante la adición de un componente tensioactivo al caldo de fermentación antes de la realización del secado por pulverización se soluciona la tarea según la invención, concretamente se puede obtener una densidad aparente de producto más elevada, y simultáneamente se pueden mejorar las propiedades de granulación.

10 Las propiedades de granulación observadas mejoradas consisten en especial en que, mediante la adición del componente tensioactivo al caldo de fermentación, antes de la realización del secado por pulverización se pueden obtener humedades residuales reducidas con tasas de pulverización elevadas y bajas temperaturas de granulador, lo que posibilita una producción de granulado más rápida, y simultáneamente más eficiente desde el punto de vista energético.

La densidad aparente de producto más elevada, como muestran vistas seccionales del granulado, se puede atribuir a menos cavidades y a una estructura de granulado más compacta.

15 La estructura de granulado más compacta, así como la tasa de pulverización más elevada realizable en el secado del caldo de fermentación, se puede atribuir probablemente a la tensión superficial, reducida tras adición de la sustancia tensioactiva, y a la superficie de intercambio aumentada de este modo, y a la tasa de evaporación intensificada.

Objeto de la presente invención

20 Por lo tanto, es objeto de la presente invención un procedimiento para la producción de un aditivo para piensos que contiene L-aminoácido a base de caldo de fermentación, caracterizado por que se transforma un caldo de fermentación que contiene L-aminoácido, que presenta un contenido en agua de 35 a 75 % en peso y un contenido en sustancia tensioactiva de 0,025 a 20 % en peso, mediante secado en una composición en forma de partículas, conteniendo el caldo de fermentación agente antiespumante en una cantidad de 0,025 a 20 % en peso o agua de remojo de maíz en una cantidad de 1 a 10 % en peso, y seleccionándose el agente antiespumante a partir de poliglicoles y fosfolípidos, y presentando el agua de remojo de maíz una masa de secado de al menos 40 % en peso y un contenido en azúcar residual como máximo de 2 % en peso.

Por lo tanto, es objeto de la presente invención un procedimiento para la producción de un aditivo para piensos que contiene L-aminoácido a base de caldo de fermentación, que comprende los siguientes pasos

- a) puesta a disposición de un caldo de fermentación que contiene L-aminoácido,
- 30 b) en cada caso ajuste del caldo de fermentación que contiene L-aminoácido a un contenido en agua de 35 a 70 % en peso,
- c) adición de sustancia tensioactiva al caldo de fermentación una vez concluida la fermentación,
- d) secado de la mezcla obtenida para dar una composición en forma de partículas, obteniéndose preferentemente un granulado,
- e) en caso dado ajuste del tamaño de partícula, en especial mediante laminación, tamizado, etc.

35 El caldo de fermentación que contiene L-aminoácido se obtiene preferentemente mediante fermentación de un microorganismo que produce L-aminoácido en un medio de cultivo acuoso bajo condiciones aerobias. Más adelante se explican más detalladamente procedimientos de fermentación preferentes según la invención.

40 Se entiende por un caldo de fermentación un medio de fermentación en el que se cultivó un microorganismo durante un cierto tiempo y a una cierta temperatura. El medio de fermentación, o bien los medios empleados durante la fermentación, contiene/contienen todas las sustancias, o bien componentes, que aseguran una propagación del microorganismo y una formación del aminoácido deseado.

45 Al finalizar la fermentación, el caldo de fermentación producido contiene correspondientemente la biomasa (= masa celular) de microorganismo producida a consecuencia de la propagación de células de microorganismo (por ejemplo bacteria corineforme), y el L-aminoácido formado en el transcurso de la fermentación (en especial L-lisina), los productos secundarios orgánicos formados en el transcurso de la fermentación, o los componentes no consumidos

por la fermentación del/de los medio de fermentación/medios de fermentación empleado/s de las sustancias de empleo, como por ejemplo vitaminas como biotina, aminoácidos como homoserina, o sales como sulfato de magnesio.

5 A los productos secundarios orgánicos pertenecen sustancias que se generan, y en caso dado se eliminan por los microorganismos empleados en la fermentación, en caso dado además del producto secundario. Entre estos cuentan otros L-aminoácidos, que constituyen menos de 30 %, 20 % o 10 % en comparación con el L-aminoácido deseado (en especial L-lisina). A éstos pertenecen además ácidos orgánicos, que portan uno a tres grupos carboxilo, como por ejemplo ácido acético, ácido láctico, ácido cítrico, ácido málico o ácido fumárico. Finalmente, a éstos también pertenecen azúcares, como por ejemplo trehalosa.

10 Los caldos de fermentación típicos apropiados para fines industriales tienen un contenido en L-aminoácido (en especial contenido en L-lisina) de 40 g/kg a 180 g/kg o 50 g/kg a 150 g/kg. El contenido en biomasa (como biomasa desecada) asciende en general a 20 hasta 50 g/kg en el caldo de fermentación, pero en el caso de fermentación pobre en biomasa puede ser también inferior.

El caldo de fermentación comprende preferentemente un L-aminoácido seleccionado a partir de L-lisina, L-metionina, L-treonina, L-valina o L-triptófano. De modo especialmente preferente, éste contiene el L-aminoácido L-lisina.

15 En una forma de realización especialmente preferente según la invención, en el caso del L-aminoácido se trata de L-lisina, comprendiendo el procedimiento un paso de procedimiento adicional, que se efectúa antes del comienzo del secado, en el que se añade sulfato amónico y/o ácido sulfúrico al caldo de fermentación, para ajustar una proporción de sulfato/L-aminoácido de al menos 0,5, preferentemente 0,85 a 1,2. Esta forma de realización especialmente preferente se indica más detalladamente a continuación.

20 Según la invención, en una forma de realización preferente, el caldo de fermentación representa el producto directo de un proceso de fermentación bajo empleo de bacterias que producen L-aminoácido.

25 No obstante, en caso dado, antes o después de la adición del componente tensioactivo también se puede eliminar la biomasa parcial o completamente a partir del caldo de fermentación. En una forma de realización preferente según la invención, antes de la realización del secado para dar una composición en forma de partículas se elimina como máximo 80 % en peso, de modo especialmente preferente como máximo 50 % en peso, en especial como máximo 30, 20 o 10 % en peso de biomasa. En una forma de realización especialmente preferente según la invención, la biomasa queda contenida completamente en el caldo de fermentación.

30 La eliminación de la biomasa, en tanto se desee, se puede efectuar en especial mediante centrifugado, filtración o decantación, o mediante combinaciones de estos procedimientos. En una forma de realización preferente según la invención, la eliminación de la biomasa se efectúa mediante ultrafiltración.

35 Los productos secundarios orgánicos disueltos en el caldo de fermentación y los componentes disueltos no consumidos del medio de fermentación (sustancias de empleo) permanecen en el producto al menos parcialmente (> 0 % en peso), preferentemente en al menos 25 % en peso, de modo especialmente preferente en al menos 50 % en peso, y de modo muy especialmente preferente en al menos 75 % en peso. En caso dado, éstos permanecen en el producto también completamente (100 % en peso) o casi completamente, es decir, > 95 % en peso o > 98 % en peso. En este sentido, el concepto "a base de caldo de fermentación" significa que el producto contiene al menos una parte de los componentes del caldo de fermentación.

Una vez concluida la fermentación, el caldo de fermentación empleado según la invención presenta preferentemente las siguientes propiedades:

40 a) contenido en biomasa de 1 a 5 % en peso, preferentemente 2 a 4,5 % en peso, de modo especialmente preferente 2,5 a 3,5 % en peso,

b) contenido en L-aminoácido, preferentemente L-lisina (como base de aminoácido) de 5 a 20 % en peso,

c) contenido en producto sólido (incluida biomasa) de 10 a 30 % en peso, preferentemente 15 a 25 % en peso,

45 d) preferentemente una proporción en % en peso de sulfato respecto a L-aminoácido, en especial L-lisina, de 0,8 a 1,2,

e) valor de pH de 3,5 a 7,0, preferentemente de 4,0 a 5,0.

La producción de tal caldo de fermentación se describe más abajo.

5 Según la invención, se debe entender por "contenido en producto sólido" la masa que queda en el caso de extracción completa del líquido. Además de sustancias suspendidas en caso dado (como la biomasa), a esta masa anhidra pertenecen también sustancias disueltas, que cristalizan o precipitan en el secado. En este sentido, el contenido en producto sólido es complementario al contenido en agua, o bien humedad.

10 En caso dado, ya después de concluir la fermentación, el caldo de fermentación empleado según la invención puede contener una cantidad suficiente de sustancia tensioactiva. Esto se puede conseguir añadiéndose al medio de fermentación una cantidad suficiente de sustancia tensioactiva ya antes del comienzo de la fermentación, o añadiéndose correspondientemente sustancia tensioactiva durante la fermentación.

No obstante, en una forma de realización preferente, el caldo de fermentación no contiene o contiene solo una cantidad relativamente reducida de sustancia tensioactiva. Correspondientemente, una vez concluida la fermentación se añade la sustancia tensioactiva, o bien la gran parte de sustancia tensioactiva, al caldo de fermentación.

15 En el caso de la sustancia tensioactiva, que está contenida ya en el caldo de fermentación una vez concluida la fermentación, se puede tratar, a modo de ejemplo, de un agente antiespumante.

20 Antes del comienzo del secado, el caldo de fermentación posee preferentemente un contenido en agua de 35 a 70 % en peso, de modo especialmente preferente 35 a 50 % en peso. El ajuste de este contenido en agua, en tanto sea necesario, se puede efectuar en especial mediante concentración por evaporación del caldo de fermentación, a modo de ejemplo con ayuda de un evaporador de rotación, un evaporador de capa fina o un evaporador molecular por gravedad, mediante ósmosis inversa o nanofiltración. Mediante la concentración por evaporación también aumenta correspondientemente el contenido en biomasa, el contenido en L-aminoácido y el contenido en producto sólido en el caldo de fermentación.

25 En el sentido de la presente solicitud, la "sustancia tensioactiva" puede ser una sustancia pura que está constituida exclusivamente por un compuesto tensioactivo. No obstante, también se puede tratar de una mezcla de diferentes compuestos tensioactivos. No obstante, según la invención, se entiende por "sustancia tensioactiva" también un componente que contiene un compuesto tensioactivo o una mezcla de diversos compuestos tensioactivos en una cantidad significativa. En este caso, el (los) compuesto(s) tensioactivo(s) está/n contenido(s) en el componente preferentemente en una cantidad de al menos 3 % en peso, en especial al menos 5 % en peso, de modo especialmente preferente al menos 10 % en peso. En una forma de realización preferente, el (los) compuesto(s) tensioactivo(s) está/n contenido(s) en el componente en al menos 20 % en peso, preferentemente en al menos 25 % en peso, en especial en al menos 40 % en peso.

Según la invención, la sustancia tensioactiva se selecciona preferentemente a partir del grupo constituido por agua de remojo de maíz, lípidos, agentes antiespumantes y agentes tensioactivos, así como mezclas de los mismos.

35 El agente antiespumante se selecciona preferentemente a partir de derivados de polisiloxano, mono- y poliglicoles, fosfolípidos, así como glicéridos de ácidos grasos.

En el caso del derivado de polisiloxano se puede tratar en especial de un polialquilsiloxano, sobre todo de un polidimetilsiloxano.

40 En el caso del poliglicol se trata preferentemente de un polímero constituido por unidades oxietileno y/u oxipropileno, preferentemente un polímero mixto constituido por unidades oxietileno y oxipropileno, o de un compuesto que comprende unidades oxietileno y/u oxipropileno, como por ejemplo un alquilpoliglicoléster de ácido graso.

En el caso del fosfolípido se trata preferentemente de una fosfatidilcolina (lecitina).

En el caso del glicérido de ácido graso se trata en especial de un mono- o diglicérido, sobre todo de un mono- o diglicérido en el que el resto ácido se selecciona a partir de ácido acético, ácido láctico, ácido cítrico, ácido tartárico y mezclas de los mismos.

45 El agua de remojo de maíz empleada según la invención posee preferentemente una masa anhidra de al menos 40 % en peso, preferentemente 45 a 55 % en peso, y presenta preferentemente un contenido en azúcar residual como máximo de 2 % en peso. El agua de remojo de maíz contiene como componente tensioactivo fosfatidilcolina.

El lípido empleable según la invención se selecciona preferentemente a partir de aceites minerales, aceites vegetales y mezclas de los mismos. De modo especialmente preferente, como aceite se emplea aceite de habas de soja, aceite de oliva, aceite de silicona o mezclas de éstos.

5 En una forma de realización especialmente preferente según la invención se emplea fosfatidilcolina o un componente que contiene fosfatidilcolina, preferentemente agua de remojo de maíz, como sustancia tensioactiva.

Antes del comienzo del secado, la sustancia tensioactiva está contenida en el caldo de fermentación preferentemente en una cantidad de 0,025 a 20 % en peso, 0,1 a 20 % en peso, 0,2 a 20 % en peso, 0,5 a 20 % en peso o 1 a 20 % en peso. En este caso, los intervalos preferentes son 0,2 a 15 % en peso, 0,3 a 15 % en peso, 0,5 a 15 % en peso, así como 1 a 10 % en peso.

10 Siempre que se emplee como sustancia tensioactiva un poliglicol, en especial un alquilpoliglicoléster de ácido graso, o un fosfolípido, en especial una lecitina, o mezclas de los mismos, se ajusta preferentemente una concentración de sustancia tensioactiva de 0,1 a 5 % en peso, en especial 0,2 a 4 % en peso, preferentemente 0,25 a 2 % en peso.

15 Esta cantidad de empleo de sustancia tensioactiva es preferente generalmente siempre que, en el caso de la sustancia tensioactiva, se trate de un componente que contiene al menos 50 % en peso, en especial al menos 70 % en peso, de compuestos tensioactivos.

Siempre que se emplee agua de remojo de maíz como sustancia tensioactiva, en caso dado en combinación con otras sustancias tensioactivas, se ajusta preferentemente una concentración de sustancia tensioactiva de 0,1 a 10 % en peso, en especial 0,5 a 5 % en peso, preferentemente 1 a 3 % en peso.

20 Esta cantidad de empleo de sustancia tensioactiva es preferente generalmente siempre que, en el caso de la sustancia tensioactiva, se trate de un componente que contiene menos de 30 % en peso, en especial 3 a 30 o 3 a 20 % en peso de compuestos tensioactivos.

En una forma de realización preferente según la invención, el caldo de fermentación presenta las siguientes propiedades antes del comienzo del secado:

a) contenido en biomasa de 2 a 12 % en peso, preferentemente 3 a 10 % en peso, en especial 4 a 8 % en peso;

25 b) contenido en L-aminoácido, preferentemente L-lisina (como base de aminoácido) de 12 a 48 % en peso, en especial 20 a 40 % en peso;

c) contenido en producto sólido (incluida biomasa) de 25 a 70 % en peso, preferentemente 35 a 60 % en peso;

d) contenido en sustancia tensioactiva de 0,025 a 20 % en peso, en especial 0,1 a 20 % en peso, preferentemente 0,3 a 15 % en peso;

30 e) proporción de % en peso de sulfato a L-aminoácido, en especial L-lisina, de 0,8 a 1,2;

f) valor de pH de 3,7 a 7,0, preferentemente de 4,0 a 5,0.

35 Para el ajuste de la concentración de L-aminoácido deseada en el producto, en función de los requisitos se puede añadir un aditivo al caldo de fermentación puesto a disposición o concentrado por evaporación para el aumento o la reducción del contenido en L-aminoácido. El aditivo se puede añadir de manera alternativa y/o adicional también durante el proceso de secado o granulación.

40 Para aumentar el contenido en L-aminoácido se añade preferentemente el respectivo L-aminoácido en forma de un concentrado, o en caso dado una sustancia sensiblemente pura, o bien su sal en forma líquida o sólida. Para reducir el contenido en L-aminoácido se añade preferentemente sulfato amónico. En tanto se emplee, el aditivo se añade preferentemente en una cantidad de 0,1 a 10 % en peso, preferentemente 0,1 a 5 % en peso, al caldo de fermentación, o bien preferentemente en una cantidad tal que en el producto final se ajusta una concentración de L-aminoácido de 40 a 60 % en peso, en especial 45 a 55 % en peso.

El secado para dar una composición en forma de partículas se puede efectuar en especial mediante liofilización, preferentemente mediante un procedimiento de pulverización, en especial secado por pulverización o granulación por pulverización.

Al secado del caldo de fermentación a realizar según la invención pueden seguir, en caso dado, otros pasos de procesamiento, en especial uno o varios pasos de granulación, en especial si en el secado no se obtiene directamente un granulado.

5 No obstante, en una forma de realización especialmente preferente según la invención, el caldo de fermentación se transforma directamente en un granulado en un paso de procedimiento, de modo que no es necesaria una granulación subsiguiente. La transformación inmediata en un granulado se efectúa preferentemente mediante un procedimiento de granulación por pulverización, de modo especialmente preferente bajo aplicación de un procedimiento de granulación por pulverización bajo empleo de un lecho turbulento circulante, como se describe en la solicitud de patente sin examinar WO 2005/006875.

10 En la granulación por pulverización se efectúa preferentemente una recirculación completa, o al menos parcial, de polvo de la granulación producido con la corriente en la cámara de granulación por pulverización.

Además, la temperatura de granulación se regula preferentemente de modo que la temperatura de entrada asciende a 200 hasta 300°C, preferentemente 250 a 275°C, y la temperatura de salida asciende a 60 hasta 100°C, preferentemente 70 a 90°C.

15 El granulado obtenible tiene preferentemente un contenido en L-aminoácido de 40 a 60 % en peso, en especial 45 a 55 % en peso, de modo especialmente preferente 48 a 52 % en peso, y un contenido en agua (humedad residual) como máximo de 5 % en peso, preferentemente como máximo 3,5 % en peso.

Mediante el secado se obtiene una composición en forma de partículas que es preferentemente espolvoreable, y puede estar finamente dividida o ser de grano grueso.

20 El polvo espolvoreable, finamente dividido, se puede transformar a su vez en un producto de grano grueso, convenientemente espolvoreable, almacenable y sensiblemente exento de polvo, mediante procedimientos de compactado y granulación apropiados.

Los granulados son obtenibles, por ejemplo, conforme al procedimiento según el documento EP-B 0 615 693 o EP-B 0 809 940, US 5 840 358 o WO 2005/006875 o WO 2004/054381.

25 Se entiende por "espolvoreable" polvos que se pueden derramar libremente a partir de una serie de recipientes de derrame de vidrio con orificios de derrame de diferente tamaño, al menos a partir del recipiente con el orificio 5 mm (milímetros) (Klein: Seifen, Öle, Fette, Wachse 94, 12 (1968)).

Otro objeto de la presente invención son aditivos para piensos granulados que comprenden las siguientes características:

30 a) contenido en L-aminoácido, preferentemente L-lisina (calculado sobre la base de aminoácido) de al menos 20 % en peso, preferentemente 25 a 60 % en peso, en especial 30 a 60 o 40 a 60 % en peso, de modo especialmente preferente 45 a 55 % en peso,

b) diámetro granulométrico medio de 60 a 2500 µm, preferentemente 60 a 1500 µm;

35 c) contenido en biomasa de al menos 3 o 4 % en peso, preferentemente al menos 5 o 6 % en peso, de modo especialmente preferente al menos 7 % en peso, en especial de 3 a 12 % en peso, 4 a 12 % en peso, 5 a 12 % en peso, 6 a 12 % en peso o 7 a 12 % en peso;

40 d) contenido en sustancia tensioactiva de 0,04 a 35 % en peso, preferentemente 0,15 a 30 % en peso, de modo especialmente preferente 0,5 a 15 % en peso, estando contenido agente antiespumante en una cantidad de 0,04 a 35 % en peso o agua de remojo de maíz en una cantidad de 3 a 25 % en peso, y seleccionándose el agente antiespumante a partir de poliglicoles y fosfolípidos, y presentando el agua de remojo de maíz una masa anhidra de al menos 40 % en peso y un contenido en azúcar residual como máximo de 2 % en peso;

e) preferentemente un contenido en agua (humedad residual) como máximo de 4,5 % en peso, en especial como máximo 3,5 % en peso;

f) preferentemente una capa de aceite comestible que envuelve el grano.

En el caso del diámetro granulométrico medio indicado se trata de la media aritmética.

5 Los aditivos para piensos preferentes según la invención poseen una proporción de partículas de  $\geq 70, 75, 80, 90, 95, 97$  % en peso de un tamaño de grano de  $> 63 \mu\text{m}$  a  $< 2500 \mu\text{m}$  o una proporción de  $\geq 70, 75, 80, 85, 90, 95, 97$  % en peso de un tamaño de grano de  $> 63$  a  $< 2000 \mu\text{m}$  o una proporción de  $\geq 70, 75, 80, 85, 90, 95, 97$  % en peso de un tamaño de grano de  $>100$  a  $< 1700 \mu\text{m}$  de diámetro. La proporción de polvo, es decir, partículas con un tamaño de grano  $< 63 \mu\text{m}$ , se sitúa preferentemente en 20 % o menos, 15 % en peso o menos, 10 % en peso o menos, 5 % en peso o menos, 3 % en peso o menos, 2 % en peso, 0 a 1 % en peso, 0,5 % en peso o menos.

10 De modo especialmente preferente, al menos 75 % en peso de partículas de la composición obtenida presenta un diámetro granulométrico de  $> 63 \mu\text{m}$  a  $< 2500 \mu\text{m}$ , preferentemente de  $> 63 \mu\text{m}$  a  $< 2000 \mu\text{m}$ , ascendiendo preferentemente la proporción de partículas con un diámetro granulométrico de  $< 63 \mu\text{m}$  a 20 % en peso o menos.

El peso aparente de los productos preferentes asciende en general a 600 hasta 800 kg/m<sup>3</sup>.

La distribución de tamaños de partícula se mide preferentemente por medio de análisis granulométrico en una máquina tamizadora de chorro de aire Hosokawa Alpine, tipo 200 LS-N (juego de tamices: anchuras de malla 20, 32, 45, 63, 100, 150, 200, 250, 280, 300, 400, 500, 600, 630, 710, 800, 1000, 1180, 1400, 1600 y 2000  $\mu\text{m}$ ; tamizado: 3 min.).

15 Alternativamente, el tamaño de partícula se puede determinar también mediante espectrometría de difracción láser. Se describen métodos aplicables en el libro de texto "Teilchengrößenmessung in der Laborpraxis" de R.H. Müller y R. Schuhmann, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft Stuttgart (1996), así como en el libro de texto "Introduction to Particle Technology" de M. Rhodes, editorial Wiley & Sons (1998).

20 En la granulación o compactación es ventajoso el empleo de sustancias auxiliares orgánicas o inorgánicas habituales, o bien soportes, como almidón, gelatina, derivados de celulosa o sustancias similares, como se emplean habitualmente en la elaboración de productos alimenticios o piensos como agentes aglutinantes, gelificantes o espesantes, o de otras sustancias, como por ejemplo ácidos silícicos, silicatos (EP-A 0 743 016) o estearatos.

25 En caso dado, a partir de la composición en forma de partículas obtenida, o bien del granulado obtenido, mediante tamizado, laminación, separación de polvo, molturación o combinaciones de estos, se obtiene un producto con el tamaño de grano deseado.

30 Además, los aditivos para piensos obtenidos según la invención se distinguen preferentemente por que están revestidos con un aceite, como se describe, por ejemplo, en el documento WO 04/054381, seleccionándose el aceite a partir de aceite vegetal (en especial aceite de oliva, aceite de girasol, aceite de soja o mezclas de aceite de soja/lecitina), aceite o grasa animal, y aceite de microorganismos generado mediante fermentación. Mediante el tratamiento de las superficies con los citados aceites se obtiene una elevada resistencia a la abrasión de producto y una reducción de la proporción de polvo.

35 No obstante, el producto también se puede absorber alternativamente sobre una sustancia soporte orgánica o inorgánica conocida y habitual en la elaboración de piensos, como por ejemplo ácidos silícicos, silicatos, harinas, salvados, harinas, almidones, azúcares u otros, y/o mezclar con agentes espesantes o aglutinantes habituales y estabilizar. En la literatura se describen ejemplos de aplicación y procedimientos a tal efecto (Die Mühle + Mischfuttertechnik 132 (1995) 49, página 817).

Finalmente, el producto se puede refinar también mediante procedimientos de revestimiento ("Coating") con agentes filmógenos, como por ejemplo carbonatos metálicos, ácidos silícicos, silicatos, alginatos, estearatos, almidones, gomas y éteres de celulosa, como se describe en el documento DE-C 41 00 920.

40 La biomasa en aditivos para piensos según la invención comprende preferentemente bacterias de la especie *Corynebacterium* o de la especie *Escherichia* y/o residuos celulares de estas bacterias, y está constituida de modo especialmente preferente por éstas.

45 El contenido en L-aminoácido en aditivos para piensos según la invención asciende preferentemente al menos a 30 % en peso, preferentemente al menos 40 % en peso, en especial 40 a 60 % en peso, de modo especialmente preferente 45 a 55 % en peso.



El L-aminoácido en los aditivos para piensos según la invención está seleccionado preferentemente a partir del grupo constituido por L-lisina, L-metionina, L-treonina, L-triptófano y L-valina, así como mezclas de las mismas, de modo especialmente preferente, en el caso del L-aminoácido se trata de L-lisina.

5 En el caso del aditivo para piensos según la invención se trata preferentemente de un aditivo para piensos a base de caldo de fermentación.

10 La sustancia tensioactiva contenida en aditivos para piensos granulados según la invención se selecciona de modo preferente a partir de las sustancias tensioactivas citadas anteriormente. No obstante, el aditivo para piensos contiene forzosamente agente antiespumante en una cantidad de 0,04 a 35 % en peso o agua de remojo de maíz en una cantidad de 3 a 25 % en peso, seleccionándose el agente antiespumante a partir de poliglicoles y fosfolípidos, y presentando el agua de remojo de maíz una masa anhidra de al menos 40 % en peso y un contenido en azúcar residual como máximo de 2 % en peso.

15 Siempre que, en el caso de la sustancia tensioactiva, se trate de un poliglicol, en especial un alquilpoliglicoléster de ácido graso o un fosfolípido, en especial una lecitina, o mezclas de los mismos, la sustancia tensioactiva está contenida en el aditivo para piensos en una cantidad de 0,15 a 10 % en peso, en especial 0,3 a 6 % en peso, de modo especialmente preferente 0,4 a 4 % en peso.

Siempre que, en el caso de la sustancia tensioactiva, se trate de agua de remojo de maíz, en caso dado en combinación con otras sustancias tensioactivas, la sustancia tensioactiva está contenida en el aditivo para piensos en una cantidad de 3 a 25 % en peso, de modo especialmente preferente 6 a 20 % en peso.

20 La distribución de sustancia tensioactiva en el grano es preferentemente homogénea, debiéndose entender por "homogénea" que entre dos fracciones arbitrarias de grano no se pueda encontrar una gran diferencia de concentración de sustancia tensioactiva.

25 La desviación de la cantidad de sustancia tensioactiva en dos fracciones de grano arbitrarias, en cuyo caso se puede tratar, a modo de ejemplo, de cubos arbitrarios con un volumen de  $10 \times 10 \mu\text{m}$ , asciende preferentemente como máximo a 30 %, preferentemente como máximo 25 o 20 %, de modo especialmente preferente como máximo 10, 5 o 3 %.

La distribución homogénea de la sustancia tensioactiva se asegura mediante el modo de producción del aditivo para piensos.

30 La densidad de partícula del aditivo para piensos asciende preferentemente al menos a  $1,138 \text{ g/cm}^3$ , de modo especialmente preferente al menos a  $1,140 \text{ g/cm}^3$ , sobre todo al menos  $1,142$  o  $1,144 \text{ g/cm}^3$ . En este caso, son intervalos preferentes  $1,138$  a  $1,160 \text{ g/cm}^3$ , en especial  $1,140$  a  $1,155 \text{ g/cm}^3$ , sobre todo  $1,142$  a  $1,154 \text{ g/cm}^3$  o  $1,144$  a  $1,152 \text{ g/cm}^3$ .

La densidad aparente del aditivo para piensos asciende preferentemente al menos a  $600 \text{ kg/m}^3$ , en especial 600 a  $800 \text{ kg/m}^3$ .

35 La densidad aparente se determina preferentemente de la siguiente manera: se coloca una probeta (250 ml de volumen) en una balanza, se carga con el producto granulado, y a continuación se determina el peso por unidad de volumen.

40 Para la determinación de la densidad de partícula se llenan con metanol los espacios vacíos en la probeta. El volumen de huecos se puede determinar de este modo en base al aumento de peso y a la densidad de metanol conocida ( $0,7918 \text{ g/ml}$ ). De este modo, de la diferencia entre volumen total y volumen de metanol resulta el volumen de las partículas. La densidad de partícula se produce entonces no refiriéndose el peso de partícula determinado previamente al volumen total de la probeta graduada, sino al volumen de partículas determinado.

45 Alternativamente, la densidad de partícula se puede determinar también bajo empleo de un picnómetro. En este caso, la determinación de la densidad de partícula se efectúa mediante expulsión de gas. Preferentemente se emplean gases inertes como helio o nitrógeno como medio de expulsión. En este caso, representa un picnómetro disponible en el comercio, a modo de ejemplo, el picnómetro de helio AccuPyc 1340 (mimetrics).

Los aditivos para piensos granulados según la invención se distinguen preferentemente por que contienen el L-aminoácido L-lisina, presentándose éste al menos parcialmente como sal de sulfato, ascendiendo la proporción molar de sulfato respecto a L-lisina preferentemente al menos a 0,5, de modo especialmente preferente 0,8 a 1,2.

5 En la forma de realización preferente, en la que se trata de L-lisina en el caso del L-aminoácido, los aditivos para piensos según la invención tienen preferentemente un valor de pH de 3,5 a 6,5, en especial 4,0 a 5,0, preferentemente 4,2 a 4,8, medido en suspensión acuosa. Para la medición de pH se produce una suspensión al 10 % en peso en agua desionizada y se mide el pH a 25°C con un electrodo de pH. El valor de medición se ajusta de manera constante después de aproximadamente 1 minuto.

10 El contenido en agua de aditivos para piensos según la invención se sitúa preferentemente entre 0,1 % en peso y como máximo 5 % en peso. El contenido en agua asciende preferentemente como máximo a 4 % en peso, de modo especialmente preferente como máximo 3 % en peso, y de modo muy especialmente preferente como máximo 2,5 % en peso. Son igualmente posibles contenidos en agua como máximo de 2 % en peso.

15 Además, los aditivos para piensos según la invención se distinguen preferentemente por que presentan una estructura muy compacta, debiéndose entender por "estructura compacta" el hecho de que presenten relativamente pocas cavidades. No en último término, esto se puede atribuir al empleo de la sustancia tensioactiva. Los aditivos para piensos según la invención se distinguen preferentemente por que presentan menos de 25 % en volumen, en especial menos de 20 % en volumen, de modo especialmente preferente menos de 15 % en volumen, sobre todo menos de 10 % en volumen de cavidades.

20 Otro objeto de la presente invención es el empleo de un aditivo para piensos granulado según la invención para la producción de piensos.

Producción del caldo de fermentación que contiene L-aminoácido.

25 La producción fermentativa de L-aminoácidos, como L-lisina, L-metionina, L-treonina, L-triptófano, L-valina, en especial L-lisina, se consigue mediante cultivo fermentativo de una cepa bacteriana que sobreproduce aminoácido. La fermentación se efectúa preferentemente con bacterias corineformes, en especial de la especie *Corynebacterium*, de modo especialmente preferente de tipo *Corynebacterium glutamicum* y/o de la especie *Escherichia*, de modo especialmente preferente de tipo *Escherichia coli*, mediante un procedimiento denominado de cargas de alimentación (procedimiento de alimentación). Alternativamente, la fermentación también se puede realizar de manera continua o discontinua en procedimiento discontinuo (cultivo de carga) o el procedimiento de carga de alimentación repetida (procedimiento de alimentación repetitivo) con el objetivo de producir L-aminoácidos (en especial L-lisina). El medio de fermentación empleado se optimiza en los requisitos de las respectivas cepas de producción. En el libro de texto de Chmiel (Bioprozesstechnik 1. Einführung in die Bioverfahrenstechnik (editorial Gustav Fischer, Stuttgart, 1991)) o en el libro de texto de Storhas (Bioreaktoren und periphere Einrichtungen (editorial Vieweg, Braunschweig/ Wiesbaden, 1994)) se encuentra disponible un resumen de tipo de general sobre métodos de cultivo conocidos.

35 El medio de cultivo, o bien el medio de fermentación a emplear, debe cumplir de modo apropiado los requisitos de las respectivas cepas. Se incluyen descripciones de medios de cultivo de diversos microorganismos en el libro de texto "Manual of Methods for General Bacteriology", de la American Society for Bacteriology (Washington D. C, USA, 1981). Los conceptos medio de cultivo y medio de fermentación, o bien medio, son sustituibles entre sí.

40 Como fuente de carbono se pueden emplear azúcares e hidratos de carbono, como por ejemplo glucosa, sacarosa, lactosa, fructosa, maltosa, melaza, disoluciones que contienen sacarosa a partir de la producción de remolacha azucarera y caña de azúcar, almidón, hidrolizado de almidón y celulosa, aceites y grasas, como por ejemplo aceite de soja, aceite de girasol, aceite de cacahuete y grasa de coco, ácidos grasos, como por ejemplo ácido palmítico, ácido esteárico y ácido linoleico, alcoholes, como por ejemplo glicerina, metanol y etanol, y ácidos orgánicos, como por ejemplo ácido acético. Estas sustancias se pueden emplear por separado o como mezcla.

45 Como fuente de nitrógeno se pueden emplear compuestos orgánicos nitrogenados, como peptonas, extracto de levadura, extracto de carne, extracto de malta, agua de remojo de maíz, harina de habas de soja y urea, o compuestos inorgánicos, como amoníaco, sulfato amónico, fosfato amónico, carbonato amónico y nitrato amónico, preferentemente amoníaco o sulfato amónico. Las fuentes de nitrógeno se pueden emplear por separado o como mezcla.

Como fuente de fósforo se pueden emplear ácido fosfórico, dihidrogenofosfato potásico o hidrogenofosfato dipotásico, o las correspondientes sales que contienen sodio.

5 El medio de cultivo debe contener además sales, a modo de ejemplo en forma de sulfatos de metales, como por ejemplo sodio, potasio, magnesio, calcio y hierro, como por ejemplo sulfato amónico o sulfato de hierro, que son necesarios para el crecimiento. Finalmente se pueden emplear sustancias de crecimiento esenciales, como aminoácidos, a modo de ejemplo homoserina y vitaminas, a modo de ejemplo tiamina, biotina o ácido pantoténico, de manera adicional a las sustancias citadas anteriormente. Además se pueden añadir precursores apropiados del aminoácido respectivo al medio de cultivo. Las citadas sustancias de empleo se pueden añadir al cultivo en forma de una única carga, o alimentar de modo apropiado durante el cultivo.

10 Para el control de pH del cultivo se emplean de modo apropiado compuestos básicos, como hidróxido sódico, hidróxido potásico, amoníaco, o bien agua amoniacal, o compuestos ácidos, como ácido fosfórico o ácido sulfúrico. El pH se ajusta en general a un valor de 6,0 a 9,0, preferentemente 6,5 a 8.

15 Para el control del espumado se pueden emplear agentes antiespumantes, como por ejemplo poliglicolésteres de ácidos grasos. Para el mantenimiento de la estabilidad de plásmidos se pueden añadir al medio sustancias de acción selectiva apropiadas, como por ejemplo antibióticos. Para mantener condiciones aerobias se introducen oxígeno o mezclas gaseosas que contienen oxígeno, como por ejemplo aire, en el cultivo. El empleo de líquidos, que están enriquecidos con peróxido de hidrógeno, es igualmente posible.

20 En caso dado, la fermentación se realiza en sobrepresión, a modo de ejemplo a una presión de 0,03 a 0,2 MPa. La temperatura del cultivo se sitúa normalmente en 20°C a 45°C, y preferentemente en 25°C a 40°C. En el caso de procedimiento discontinuo se prosigue el cultivo hasta que se ha formado un máximo del aminoácido deseado. Este objetivo se consigue normalmente en el intervalo de 10 horas hasta 160 horas. En el procedimiento continuo son posibles tiempos de cultivo más largo. Para fermentar volúmenes de fermentador de producción correspondientemente grandes, de varios cientos de metros cúbicos, son necesarios varios pasos de fermentador de cultivo preconnectados con volumen de caldera creciente gradualmente.

25 Se encuentran ejemplos de medios de fermentación apropiados, entre otros, en los documentos de patente US 5,770,409, US 5,840,551 y US 5,990,350, US 5,275,940 o US 4,275,157. Se encuentran otros ejemplos de medios de fermentación en Ozaki y Shiio (Agricultural and Biological Chemistry 47(7), 1569-1576, 1983) y Shiio et al. (Agricultural and Biological Chemistry 48(6), 1551-1558, 1984). Por el estado de la técnica son conocidos métodos para la determinación de L-lisina y otros L-aminoácidos. El análisis se puede efectuar, por ejemplo, como se describe en Spackman et al. (Analytical Chemistry, 30, (1958), 1190), mediante cromatografía de intercambio aniónico con subsiguiente derivatización de ninhidrina, o se puede efectuar mediante HPLC en fase inversa, como se describe en Lindroth et al. (Analytical Chemistry (1979) 51: 1167-1174).

30 A continuación, el caldo de fermentación producido de este modo se elabora adicionalmente según la invención.

La biomasa, o bien el caldo de fermentación que contiene biomasa, se desactiva por vía térmica, de modo preferente durante un paso de procedimiento apropiado, antes de eliminar la biomasa completa o parcialmente.

Realización de procedimiento preferente en la producción de L-lisina

35 En el caso de que el L-aminoácido producido sea L-lisina, como ya se ha mencionado anteriormente, de modo preferente se realiza un paso de procedimiento adicional, que se efectúa antes del comienzo del secado, en el que se añade sulfato amónico y/o ácido sulfúrico al caldo de fermentación para ajustar una proporción molar de sulfato/L-aminoácido de al menos 0,5. En este caso, la proporción molar sulfato/L-lisina asciende preferentemente al menos a 0,6, 0,8, 0,9 o 0,95, en especial 0,85 a 1,2, preferentemente 0,9 a 1,1, de modo especialmente preferente >0,95 a <1,1.

40 La proporción molar sulfato/L-lisina  $V$  se calcula según la fórmula:  $V = 2 \times [\text{SO}_4^{2-}] / [\text{L-lisina}]$ .

Esta fórmula considera el hecho de que el anión sulfato es divalente. Una proporción  $V = 1$  significa que se presenta un  $\text{Lys}_2(\text{SO}_4)$  de composición estequiométrica, mientras que en el caso de una proporción de  $V = 0,9$  se halla un defecto de sulfato del 10 % y en el caso de una proporción de  $V = 1,1$  se halla un exceso de sulfato del 10 %.

45 Alternativamente es posible realizar la fermentación en presencia de una cantidad de sulfato amónico tal que se presente ya una proporción de sulfato/L-aminoácido que se sitúa en el intervalo preferente según la invención una vez concluida la fermentación. En este caso se puede prescindir del paso de procedimiento adicional.

Finalmente, el caldo se puede mezclar de modo preferente también con bisulfito sódico (hidrogenosulfito sódico) u otra sal, a modo de ejemplo sal amónica, alcalina o alcalinotérrea de ácido sulfuroso, lo que conduce a la estabilización y al aclarado del producto.

En este sentido, un procedimiento especialmente preferente según la invención comprende los siguientes pasos:

- 5           - puesta a disposición de un caldo de fermentación que contiene L-lisina;
- en caso dado eliminación parcial o completa de la biomasa;
- en caso dado medición de la proporción de sulfato respecto a L-lisina;
- a continuación, en caso dado, adición de sulfato amónico y/o agua de remojo de maíz;
- en caso dado adición de ácido sulfúrico;
- 10          - ajuste del valor de pH mediante adición de ácido sulfúrico a 4,0 hasta 6,5, en especial 4,9 a 5,1, ajustándose mediante la adición del compuesto que contiene sulfato una proporción sulfato/L-aminoácido de 0,85 a 1,2, preferentemente 0,9 a 1,0, de modo especialmente preferente  $> 0,9$  a  $< 0,95$  en el caldo en los pasos citados anteriormente,
- en caso dado concentración por evaporación del caldo de fermentación a un contenido en agua de 35 a 70 % en peso, en especial 35 a 50 % en peso;
- 15          - adición de un componente tensioactivo, de modo que se ajusta un contenido en componente tensioactivo de 0,025 a 20 % en peso, en especial 0,1 a 20 % en peso, preferentemente 0,2 a 15 % en peso, de modo especialmente preferente 0,3 a 10 % en peso;
- secado de la mezcla para dar una composición en forma de partículas, preferentemente mediante granulación por pulverización;
- 20          - en caso dado revestimiento de las partículas con un aceite comestible tras el paso, obteniéndose partículas que están completa o parcialmente revestidas con el aceite comestible.

25           En el sentido de los pasos de procedimiento citados anteriormente, se indica con compuestos que contiene sulfato en especial sulfato amónico y ácido sulfúrico. De este modo se obtiene un producto con un contenido en L-aminoácido (en especial L-lisina) de 10 a 70 % en peso (calculado como aminoácido, referido a la cantidad total), y en el caso de que el L-aminoácido sea L-lisina, L-lisina se presenta en una proporción molar sulfato/L-lisina de al menos 0,5, preferentemente 0,6, 0,8, 0,9, 0,95, 1,0, 1,05, 1,1, 1,2, de modo más preferente de 0,85 a 1,2, preferentemente 0,9 a 1,1, de modo especialmente preferente  $> 0,95$  a  $< 1,1$ .

30           Si se añade ácido más allá de la reducción del valor de pH según la invención, debido al efecto tampón de los compuestos contenidos en el caldo son necesarias cantidades elevadas de ácido, que pueden conducir entonces a una desnaturalización no deseada y a una disolución de las células de las bacterias corineformes.

35           En una variante de procedimiento según la invención se añade al caldo de fermentación una o varias de las sales de ácido sulfuroso (sulfitos) seleccionadas a partir del grupo sal amónica, alcalina y alcalinotérrea en una cantidad de 0,01 a 0,5 % en peso, preferentemente 0,1 a 0,3 % en peso, de modo especialmente preferente 0,1 a 0,2 % en peso, referido al caldo de fermentación. Preferentemente se añade hidrogenosulfito alcalino, y de modo especialmente preferente hidrogenosulfito sódico.

Los sulfitos, en especial hidrogenosulfito sódico, se añaden preferentemente como disolución al caldo de fermentación antes de la concentración por evaporación. La cantidad empleada se considera preferentemente en el caso de ajuste de la proporción sulfato/L-aminoácido.

40           En el procedimiento según la invención para la producción de aditivos para piensos que contienen L-aminoácidos (en especial L-lisina) son preferentes aquellos modos de proceder en los que se obtienen productos que contienen componentes del caldo de fermentación.

#### Figuras

45           En las Figuras 1a y 1b se representa una vista seccional de granulado insertado en resina sintética, que se obtuvo a partir del caldo de fermentación sin adición de una sustancia tensioactiva (Fig. 1a) en comparación con una vista seccional de un granulado al que se había añadido agua de remojo de maíz antes de la realización de la granulación por pulverización (Fig. 1b). En la Fig. 1a son visibles claras cavidades, mientras que el granulado según la Fig. 1b presenta una estructura más compacta sin cavidades visibles.

#### Ejemplos de realización

50           Ensayos de laboratorio

Los ensayos de laboratorio se realizan en un granulador de laboratorio. El granulador de laboratorio funciona con un lecho fluidizado. El caldo de fermentación que contiene lisina se inyecta en el reactor desde arriba. El aire de alimentación al lecho fluidizado se puede ajustar en cantidad y temperatura mediante velocidades de soplado regulables. La corriente de aire se ajusta de modo que se alcance un lecho fluidizado convenientemente entremezclado. La tobera de pulverización es una tobera binaria neumática. La presión de aire de pulverización se ajustó a 0,5 bar en cada ensayo. El caldo se calentó previamente a 60°C y se transportó con ayuda de una bomba peristáltica con ajuste de velocidad variable. El caldo de fermentación que contenía lisina se concentró por evaporación a un contenido en agua de aproximadamente 40 % en peso antes del secado por pulverización, y a continuación se añadió la sustancia tensioactiva.

El lecho fluidizado primario se generó disponiéndose gérmenes que se extrajeron de la producción y se tamizaron a un tamaño de partícula de 200 a 710 µm. Como magnitud objetivo se seleccionó la densidad de partícula, ya que en este caso se verificó una buena correlación entre producción y trabajo, y se pudo identificar una dependencia directa del tamaño de partícula respecto a la densidad aparente.

La densidad aparente se determinó como sigue: se colocó una probeta vacía (250 ml de volumen) en una balanza, se llenó con el producto granulado, y a continuación se determinó el peso por unidad de volumen.

Para la determinación de la densidad de partícula se llenaron con metanol los espacios vacíos en la probeta. El volumen de huecos se pudo determinar de este modo en base al aumento de peso y a la densidad de metanol conocida (0,7918 g/ml). De este modo, de la diferencia entre volumen total y volumen de metanol resulta el volumen de las partículas. La densidad de partícula se produce entonces no refiriéndose el peso de partícula determinado previamente al volumen total de la probeta graduada, sino al volumen de partículas determinado.

Alternativamente, la densidad de partícula se puede determinar también bajo empleo de un picnómetro.

#### **Ejemplo 1: influencia de un agente antiespumante sobre la densidad de partículas**

El caldo de fermentación que contiene sulfato de lisina se concentró por evaporación a un contenido en agua de aproximadamente 40 % en peso. El caldo de fermentación puesto a disposición de este modo contenía ya 0,13 % en peso de agente antiespumante CLEROL FBA 975-US. El caldo de fermentación se mezcló a continuación con diferentes cantidades de alquilpoliglicoléster de ácido graso (CLEROL FBA 975-US), y a continuación bajo empleo de un granulador de laboratorio, y se transformó en un granulado. Como ejemplo comparativo se sometió el caldo de fermentación concentrado por evaporación a la granulación por pulverización sin adición posterior de alquilpoliglicoléster de ácido graso. La influencia de la adición posterior de alquilpoliglicoléster de ácido graso sobre la densidad de partícula se puede extraer de la siguiente tabla.

Tabla 1: influencia de un agente antiespumante sobre la densidad de partícula de granulado que contiene lisina	Densidad de partícula [g/cm <sup>3</sup> ]
Caldo de fermentación	1,133
+ 0,09 % en peso de agente antiespumante	1,137
+ 0,13 % en peso de agente antiespumante	1,155
+ 0,26 % en peso de agente antiespumante	1,145

Se puede identificar que la adición posterior de agente antiespumante antes de la realización de la granulación conduce a un claro aumento de la densidad de partícula del granulado obtenible.

#### **Ejemplo 2: influencia de lípidos sobre la densidad de partícula**

El caldo de fermentación que contenía sulfato de lisina se concentró por evaporación a un contenido en agua de aproximadamente 40 % en peso. El caldo de fermentación puesto a disposición de este modo contenía ya 0,13 % en peso de agente antiespumante CLEROL FBA 975-US. A continuación se mezcló el caldo de fermentación con diferentes cantidades de componentes que contienen lípidos. Como componentes que contenían lípidos se emplearon lecitina (Aquagran CP 100), así como agua de remojo de maíz ("CSL"), que contenía lecitina. A continuación se elaboró el caldo de fermentación en la granulación por pulverización para dar granulado. Como ejemplo comparativo se empleó el caldo de fermentación concentrado por evaporación sin adición posterior de componentes que contenían lípidos en la granulación por pulverización. Los resultados se pueden extraer de la siguiente tabla.

Tabla 2: influencia de lípidos sobre la densidad de partícula de granulado que contiene lisina y la tasa de pulverización realizable en la granulación	Densidad de partícula [g/cm <sup>3</sup> ]	Tasa de pulverización [g/min]
Caldo de fermentación	1,132	9,3
+ 8,23 % en peso de CSL	1,143	10,8
+ 0,025 % en peso de Aquagran CP 1000	1,142	10,9
+ 0,05 % en peso de Aquagran CP 1000	1,147	11,4
+ 0,25 % en peso de Aquagran CP 1000	1,149	10,7
+ 0,5 % en peso de Aquagran CP 1000	1,146	11,2

Se puede identificar que también la adición posterior de lecitina y agua de remojo de maíz antes de la realización de la granulación conduce a un claro aumento de la densidad de partícula del granulado obtenible.

- 5 Adicionalmente a la densidad de partícula elevada se observó que la adición de los componentes tensioactivos conducía a que, con la misma entrada de energía en el aparato de granulación y las mismas condiciones de salida de aire de granulación, es ajustable una tasa de pulverización elevada (columna derecha de la tabla). Esto significa que es posible un secado más eficaz desde el punto de vista energético.

**Ejemplo 3: influencia de sustancias tensioactivas sobre el proceso de granulación a escala de producción**

- 10 En base a experimentos de laboratorio se empleó agua de remojo de maíz a escala de producción en la elaboración de lisina. Los ensayos comparativos se efectuaron sin adición de agua de remojo de maíz.

Para la realización del ensayo, el medio de fermentación se concentró por evaporación en primer lugar a un contenido en agua de aproximadamente 40 % en peso una vez concluida la fermentación. A continuación se añadió agua de remojo de maíz en una cantidad de aproximadamente 8 % en peso. En el ensayo comparativo se suprimió correspondientemente el agua de remojo de maíz.

- 15 A continuación se efectuó respectivamente la granulación por pulverización en un granulador. Después se determinaron las densidades aparentes obtenidas. Los resultados se pueden extraer de la siguiente tabla.

Tabla 3: influencia del agua de remojo de maíz sobre la densidad aparente del granulado que contiene lisina	Densidad aparente [kg/m <sup>3</sup> ]
Medio de fermentación	620,2
+ 8 % en peso de agua de remojo de maíz	665,4

Como se puede identificar, la densidad aparente aumenta claramente mediante adición de agua de remojo de maíz al medio de fermentación antes de la granulación por pulverización.

- 20 También a escala de producción, como a escala de laboratorio, se pudieron aumentar las tasas de pulverización tras adición del agua de remojo de maíz, sin aumentar el contenido en humedad residual. Esto condujo a temperaturas de salida claramente menores en el aire del granulador.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1.- Procedimiento para la producción de un aditivo para piensos, caracterizado por que se transforma un caldo de fermentación que contiene L-aminoácido, que presenta un contenido en agua de 35 a 75 % en peso y un contenido en sustancia tensioactiva de 0,025 a 20 % en peso, mediante secado en una composición en forma de partículas, conteniendo el caldo de fermentación agente antiespumante en una cantidad de 0,025 a 20 % en peso o agua de remojo de maíz en una cantidad de 1 a 10 % en peso, y seleccionándose el agente antiespumante a partir de poliglicoles y fosfolípidos, y presentando el agua de remojo de maíz una masa de secado de al menos 40 % en peso y un contenido en azúcar residual como máximo de 2 % en peso.
- 10 2.- Procedimiento para la producción de un aditivo para piensos que contiene L-aminoácido, que comprende los siguientes pasos:
- a) puesta a disposición de un caldo de fermentación que contiene L-aminoácido,
- b) en cada caso ajuste del caldo de fermentación que contiene L-aminoácido a un contenido en agua de 35 a 75 % en peso,
- c) adición de sustancia tensioactiva al caldo de fermentación una vez concluida la fermentación,
- 15 d) secado de la mezcla obtenida para dar una composición en forma de partículas,
- e) en caso dado ajuste del tamaño de partícula, en especial mediante laminación, tamizado, etc.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que, antes del secado, el contenido en agua en el caldo de fermentación se ajusta a un valor de 35 a 50 % en peso, efectuándose el ajuste del contenido en agua preferentemente mediante concentración por evaporación, ósmosis inversa o nanofiltración.
- 20 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 o 3, caracterizado por que la sustancia tensioactiva se selecciona a partir de agua de remojo de maíz, lípidos, agentes antiespuantes y agentes tensioactivos, así como mezclas de los mismos.
- 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por que el agente antiespumante se selecciona a partir del grupo constituido por polisiloxanos, mono- y poliglicoles, fosfolípidos, así como glicéridos de ácidos grasos.
- 25 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el componente tensioactivo, antes del secado, está contenido en el caldo de fermentación en una cantidad de 0,025 a 20 % en peso, en especial 0,1 a 20 % en peso, preferentemente 0,3 a 10 % en peso.
- 30 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el secado se emplea mediante secado por pulverización, preferentemente granulación por pulverización, empleándose preferentemente un reactor de lecho fluidizado en la granulación por pulverización.
- 8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el caso del L-aminoácido, se trata de L-lisina, L-metionina, L-treonina, L-valina o L-triptófano, preferentemente L-lisina.
- 35 9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el caso del aminoácido producido, se trata de L-lisina, y por que se añade sulfato amónico y/o ácido sulfúrico al caldo de fermentación en un paso de procedimiento una vez concluida la fermentación y antes del comienzo del secado, para ajustar una proporción sulfato/L-aminoácido de 0,85 a 1,2.
- 10.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el caldo de fermentación empleado en el secado presenta las siguientes propiedades:
- a) contenido en biomasa de 2 a 12 % en peso, preferentemente 3 a 10 % en peso, en especial 4 a 8 % en peso;
- 40 b) contenido en L-aminoácido, preferentemente L-lisina (como base de aminoácido) de 12 a 48 % en peso;

- c) contenido en producto sólido (incluida biomasa) de 25 a 70 % en peso, preferentemente 35 a 60 % en peso;
- d) contenido en sustancia tensioactiva de 0,025 a 20 % en peso, preferentemente 0,1 a 20 % en peso, en especial 0,3 a 10 % en peso;
- e) proporción de % en peso de sulfato a L-aminoácido, en especial L-lisina, de 0,8 a 1,2;
- 5 f) valor de pH de 3,5 a 7,0, preferentemente de 4,0 a 5,0.
- 11.- Aditivo para piensos granulado que comprende las siguientes características:
- a) contenido en L-aminoácido, preferentemente L-lisina, de al menos 20 % en peso, preferentemente 25 a 60 % en peso, en especial 30 a 60 o 40 a 60 % en peso, de modo especialmente preferente 45 a 55 % en peso,
- b) diámetro granulométrico medio de 60 a 2500  $\mu\text{m}$ , preferentemente 60 a 1500  $\mu\text{m}$ ;
- 10 c) contenido en biomasa de al menos 3 % en peso, preferentemente al menos 4 o 5 % en peso;
- d) contenido en sustancia tensioactiva de 0,04 a 35 % en peso, preferentemente 0,15 a 30 % en peso, de modo especialmente preferente 0,5 a 15 % en peso, estando contenido agente antiespumante en una cantidad de 0,04 a 35 % en peso o agua de remojo de maíz en una cantidad de 3 a 25 % en peso, y seleccionándose el agente antiespumante a partir de poliglicoles y fosfolípidos, y presentando el agua de remojo de maíz una masa anhidra de al menos 40 % en peso y un contenido en azúcar residual como máximo de 2 % en peso;
- 15 e) preferentemente un contenido en agua (humedad residual) como máximo de 3,5 % en peso;
- f) preferentemente una capa de aceite comestible que envuelve el grano.
- 12.- Aditivo para piensos según la reivindicación 11 o 12, caracterizado por que el L-aminoácido se presenta al menos parcialmente como sal de sulfato, ascendiendo la proporción molar de sulfato respecto a L-aminoácido preferentemente al menos a 0,5, de modo especialmente preferente 0,8 a 1,2, y tratándose preferentemente de L-lisina en el caso del L-aminoácido.
- 20
- 13.- Aditivo para piensos según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que al menos 75 % en peso de las partículas presenta un diámetro granulométrico de  $> 63 \mu\text{m}$  a  $< 2500 \mu\text{m}$ , preferentemente de  $> 63 \mu\text{m}$  a  $< 2000 \mu\text{m}$ , y preferentemente la proporción de partículas con un diámetro granulométrico de  $< 63 \mu\text{m}$  asciende a 20 % en peso o menos.
- 25
- 14.- Aditivo para piensos según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que presenta menos de 30 % en volumen, preferentemente menos de 20 % en volumen, de modo especialmente preferente menos de 15 % en volumen de cavidades.



Fig. 1a

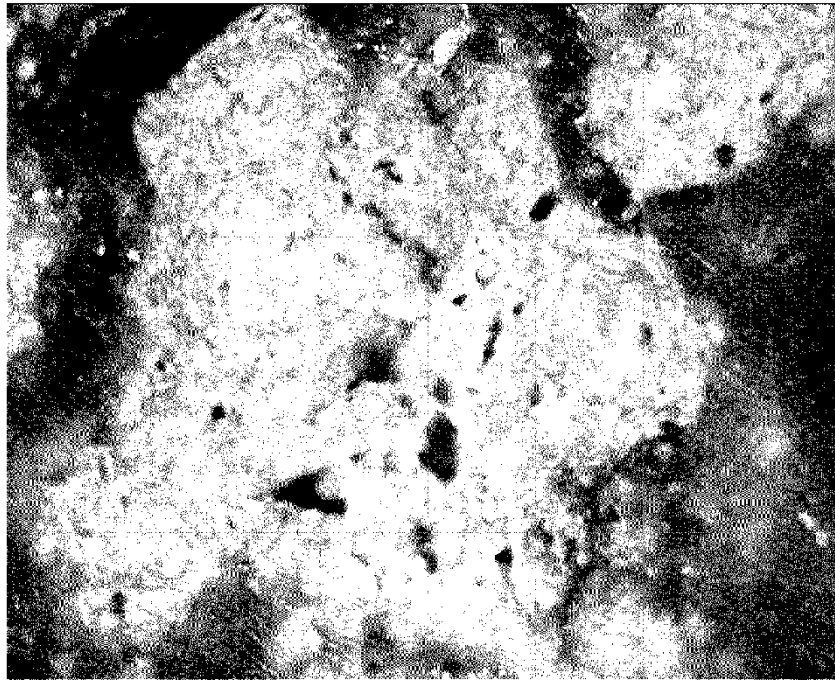


Fig. 1b

