

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 663 800**

51 Int. Cl.:

C07H 1/08 (2006.01)

C07H 5/06 (2006.01)

A23L 29/206 (2006.01)

A61K 8/97 (2007.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.11.2014 PCT/EP2014/073784**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.05.2015 WO15067640**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.11.2014 E 14793175 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.01.2018 EP 3071587**

54 Título: **Generación de glucosamina a partir de material de plantas**

30 Prioridad:

05.11.2013 EP 13191665

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

17.04.2018

73 Titular/es:

**NESTEC S.A. (100.0%)
Avenue Nestlé 55
1800 Vevey, CH**

72 Inventor/es:

**HUSSON, JWANRO y
COURTOIS, DIDIER**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 663 800 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

Generación de glucosamina a partir de material de plantas

5 Sector técnico de la invención

La presente invención, proporciona un procedimiento susceptible de poder ser reproducido, para la generación de glucosamina, a partir de plantas, el cual permite la obtención de un alto contenido de glucosamina, al mismo tiempo que se reduce el contenido de iones residuales de amonio o de sulfato.

10 La presente invención, se refiere así mismo, también, a composiciones alimenticias o composiciones cosméticas, las cuales comprenden las composiciones de plantas obtenidas, enriquecidas con glucosamina.

15 Antecedentes y trasfondo de la invención

El uso de la glucosamina pura, en el tratamiento de las enfermedades de las articulaciones, se encuentra ampliamente descrito, en la literatura de las patentes, así como en la literatura científica, de una forma usual, en combinación con otros compuestos o extractos procedentes de varias fuentes naturales. La glucosamina pura, se añade como clorhidrato de glucosamina ó como sulfato de glucosamina, y ésta proviene de la hidrólisis de mariscos o crustáceos. Así, por ejemplo, en el documento de patente internacional WO 2000 / 0 074 696, se describen "Herbal compositions comprising glucosamine and *Trypterygium wilfordii*, *Ligustrum lucidum* and/or *Erycibe schmidtii*, for treating inflammation or degeneration of joint tissues, e.g. arthritis", – Composiciones herbáceas las cuales comprenden glucosamina y *Trypterygium wilfordii*, Aligustre Arbóreo y / o *Erycibe schmidtii* para tratar la inflamación o la degeneración de los tejidos de las articulaciones, tal como, por ejemplo, la artritis -, en donde, la glucosamina, se mezcla con una preparación de plantas. Otras patentes, se refieren así mismo, también, a composiciones de hidratos de carbono de plantas, como suplementos dietéticos, en donde, la glucosamina, se origina a partir de la quitina, es decir, también, otra vez, a partir de la hidrólisis de mariscos o crustáceos (véanse, por ejemplo, los documentos de patente europea EP 1 172 041 ó EP 0 923 382).

30 El uso de la glucosamina como agente anti-osteoartritis, se ha venido desarrollado de una forma intensiva, durante el transcurso de la última década. Se sospecha el hecho de que, la glucosamina, es el único compuesto activo, en las enfermedades de las articulaciones, tal como la consistente en la osteoartritis. Hasta tiempos recientes, se pensaba que era eficiente únicamente el tratamiento sintomático, tal como el consistente en el tratamiento con fármacos antiinflamatorios no esteroideos.

35 De una forma interesante, la glucosamina, se encuentra también relacionada, así mismo, con el proceso de envejecimiento de la piel, el cual se ha venido caracterizando, principalmente, por la pérdida continua de la elasticidad y la pérdida de humedad. El envejecimiento de la piel, se refleja por cambios estructurales mayores y variaciones en la composición. De una forma más notable, las pieles envejecidas, tienen menos colágeno y glicosaminoglicanos, en comparación con las pieles jóvenes. Las moléculas de glicosaminoglicano producidas por la piel, incluyen al ácido hialurónico (poli ácido D-glucurónico-N-acetil-D-glucosamina), sulfato de condroitina, y sulfato de dermatán. El ácido hialurónico, se produce, en altas cantidades, mediante las células de la piel, como respuesta a la exfoliación. El ácido hialurónico, tiene una alta capacidad para la hidratación.

45 La glucosamina, ha mostrado reducir de una forma significativa la sequedad de la piel, y la exfoliación de ésta. La glucosamina, incrementa el contenido de humedad y mejora la suavidad de la piel. Estos descubrimientos, sugieren el hecho de que, la ingesta de glucosamina, durante un prolongado transcurso de tiempo, es efectiva, para incrementar el contenido de humedad y la suavidad de la piel.

50 Se ha demostrado el hecho de que, el suplemento oral con contenido en glucosamina, conduce a una reducción en el número de arrugas visibles y en el número de líneas finas, en un grupo de mujeres, las cuales tomaron el suplemento. El uso de un suplemento oral, el cual contenga glucosamina, minerales, y varios compuestos antioxidantes, puede mejorar, de una forma potencial, la apariencia de arrugas y de líneas finas visibles.

55 El documento de patente estadounidense U S 6. 413. 525, describe procedimientos de la exfoliación substancial de la piel. De una forma particular, dicha patente, se refiere a composiciones, las cuales se aplican tópicamente, y que contienen un aminoazúcar, en forma de N-acetil-D-glucosamina. Se conoce el hecho de que, la N-acetil-D-glucosamina es un factor de limitación de la tasas de producción del ácido hialurónico, en las células vivas. La aplicación tópica de la glucosamina, ayuda en la producción continuada de ácido hialurónico.

60 Se han dado a conocer, así mismo, también, otras composiciones para la aplicación tópica, las cuales contienen N-acetil-D-glucosamina, tal como por ejemplo, las que se revelan en el documento de patente japonesa JP 59 013 708 (suavización e hidratación de la piel), o en el documento de patente estadounidense U S 5. 866. 142 (una composición para la exfoliación de la piel).

65

La glucosamina, 2-amino-2-deoxi-D-glucosa, es un derivado de la fructosa, de origen natural, y éste se trata de un componente esencial de la glicoproteínas y los proteoglicanos, los cuales son unos importantes constituyentes de muchas proteínas eucarióticas. Éste es un componente esencial de los mucopolisacáridos y de la quitina. Los glicoaminosacáridos (mucopolisacáridos), son grandes complejos incorporados en el tejido conectivo, en los tendones, en los ligamentos y en el cartílago.

La glucosamina industrial, es un compuesto puro, obtenido a partir de la hidrólisis ácida de la quitina, procedente de mariscos o crustáceos, un complejo hidrato de carbono, derivado de la N-acetil-D-glucosamina. A título de ejemplo, el documento de patente estadounidense U S 6. 486. 307, describe un procedimiento mejorado para la hidrólisis ácida de la quitina: Un procedimiento para producir clorhidrato de glucosamina, a partir de la quitina, procediendo a moler la quitina, a un tamaño muy fino, y digerir ésta, con ácido clorhídrico concentrado.

La glucosamina, puede también producirse, así mismo, a partir de la hidrólisis enzimática de los mariscos o crustáceos. A título de ejemplo, en el documento de patente estadounidense US 5. 998. 173, se describe un procedimiento para la producción, de una forma directa, de la N-acetil-D-glucosamina, a partir de la quitina, mediante la utilización de un conjunto de enzimas de la familia de las quitinasas, para la hidrolización de la quitina de las cochas o cascarones de los mariscos o crustáceos.

Se han registrado también patentes, las cuales se refieren a los procesos de fermentación microbiana, en donde, microorganismos cultivados, biosintetizan la glucosamina. A título de ejemplo, en el documento patente estadounidense U S 6. 372. 457, se describe un procedimiento y material, para la producción de la glucosamina, mediante fermentación, mediante la utilización de un microorganismo genéticamente modificado.

La totalidad de todos estos procedimientos, se refieren a la producción de extracto de glucosamina, como un procedimiento competitivo con los extractos de mariscos o crustáceos.

El documento de patente británica GB 649 791, se refiere a un procedimiento mejorado para la el secado de la achicoria. El procedimiento en cuestión, comprende las etapas de: cortar raíces de achicoria, fermentar raíces de achicoria, bajo unas condiciones anaeróbicas, a unas temperaturas correspondientes a un valor, el cual, de una forma substancial no exceda de los 70 °C (siendo, las mejoras temperaturas, las correspondientes a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre los 50 °C y los 55 °C., durante un transcurso de tiempo comprendido entre las 7 horas y las 8 horas, y secando la achicoria, a una temperatura de 150 °C, durante un transcurso de tiempo de aprox. 30 minutos. Sin embargo, no obstante, estas condiciones, no permiten la generación de la glucosamina.

El documento de patente internacional WO 2005 / 053 710, muestran el hecho de que, la glucosamina, puede formarse a partir de diversos materiales de plantas, brutos, siguiendo un procedimiento especial de secado, consiguiéndose, así, por lo tanto, unos contenidos de glucosamina, correspondientes a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre los 150 mg por kg y los 1000 mg por kilo, de materia seca.

El documento de patente internacional WO 2006 / 120 009, describe un procedimiento para la generación de glucosamina, a partir de plantas, en donde se procede a calentar materiales de plantas, frescos, o materiales de plantas o extractos de plantas, secos, rehidratados, a una temperatura correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre los 70 °C y los 110 °C, durante un transcurso de tiempo de más de 10 horas, en donde, se procede a añadir un precursor de glucosamina, tal como el consistente en una sal de sulfato amónico, a los citados materiales de plantas, o materiales de plantas o extractos de plantas, rehidratados.

El documento de patente internacional WO 2006 / 120 007, se refiere a un procedimiento para generar glucosamina, a partir de plantas, procedimiento éste, el cual es similar al procedimiento descrito en el documento de patente internacional WO 2006 / 120 009, en donde, se procede a añadir un fertilizante, el cual actúa como precursor de la glucosamina, durante el cultivo de las plantas, antes de proceder a su recolección.

Si bien los procedimientos descritos en los documentos de patente internacional WO 2006 / 120 007, y WO 2006 / 120 009, conducen a un materiales de plantas, crudos, los cuales contienen un nivel de glucosamina, el cual es superior a un porcentaje del 0,5 %, en base a materia seca (a saber, 5 g de glucosamina por kg de materia seca), sin embargo, no obstante, estos procedimientos, son difíciles de controlar. Así, por ejemplo, el contenido de glucosamina, en el producto obtenido, depende, de una forma particular, del volumen del material crudo procesado, y del volumen de la cámara de secado.

De una forma adicional, el proceso de calentamiento, requiere un espesor limitado (unos pocos centímetros) del material de plantas, para que éste sea eficiente, con unas altas variaciones de la duración del calentamiento, en dependencia del espesor. Así, por consiguiente, el procesado de grandes volúmenes de material, a escala industrial, requerirá una superficie muy amplia, para el secado.

Así, por lo tanto, existe una gran necesidad, en cuanto al hecho de poder disponer de un procedimiento, bien controlado, mediante el cual se gestione la generación de glucosamina, a una temperatura dada.

De una forma adicional, el material de plantas, crudo, obtenido mediante los procedimientos descritos en los documentos de patente internacional WO 2005 / 053 710, WO 2006 / 120 007 y WO 2006 / 120 009, contiene unas altas cantidades de glucosamina, pero así mismo, también, contiene uno alto contenido de iones residuales de amonio o de sulfato (de hasta un contenido del 4 %, y del 24 %, respectivamente, referido a materia seca), el cual puede ser perjudicial para ciertos usos, en aplicaciones alimenticias o cosméticas.

Es por lo tanto un objeto de la presente invención, el proporcionar un procedimiento para la generación de glucosamina, a partir de plantas, o para por lo menos proporcionar una alternativa de utilidad, en donde, el procedimiento en cuestión, sea susceptible de poderse reproducir.

Es otro objeto de la presente invención, el proporcionar un material de plantas procesado, el cual contenga una alta cantidad de glucosamina, y una reducida cantidad de iones adicionales de amonio y de sulfato.

Resumen de la invención

En un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para la generación de glucosamina, a partir de plantas, procedimiento éste, el cual comprende las siguientes etapas sucesivas:

- emplazar un material de plantas y por lo menos un precursor de glucosamina, en el interior de un receptáculo,
- cerrar el citado receptáculo,
- calentar el citado receptáculo, a una temperatura correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes, los cuales van desde los 70 °C hasta los 110 °C, durante un transcurso de tiempo, el cual sea superior a las 10 horas.

En otro aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de plantas enriquecida con glucosamina, la cual comprende menos de 5 g de iones de amonio, por g de materia seca, obtenible mediante el procedimiento en concordancia con la presente invención.

De una forma preferible, las citadas composiciones de plantas enriquecidas con glucosamina, contienen menos de 5 g de iones de amonio, por kg de materia seca, y menos de 5 g de iones de sulfato, por kg de materia seca. En un aspecto adicional, la presente invención, se refiere a composiciones alimenticias o composiciones cosméticas, las cuales comprenden la citada composición de plantas enriquecida con glucosamina, la cual comprende menos de 5 g de iones de amonio, por kg de materia seca, obtenible mediante el procedimiento en el cual se ha descrito anteriormente, arriba.

Descripción detallada de la invención

La presente invención, proporciona un procedimiento, susceptible de poderse reproducir, para la generación de glucosamina, a partir de plantas, procedimiento éste, el cual permite la obtención de un alto contenido de glucosamina, al mismo tiempo que se reduce el contenido de iones residuales de amonio o de sulfato.

El procedimiento en concordancia con la presente invención, es susceptible de poderse reproducir y, de una forma particular, ése no requiere un peso específico y / o volumen específico, para los materiales de plantas, de partida.

En la presente especificación, los contenidos de glucosamina, de sulfato y de amonio, se expresan bien ya sea en porcentajes basados en materia seca, o en g por kg de materia seca, a menos de que se indique de otro modo.

El término "calentar" (o sus derivados "calentando" o calentado(a)), tal y como éste se utiliza aquí, en este documento de solicitud de patente, se refiere a proceso de calentamiento, en un rango de temperaturas correspondiente a unos valores comprendidos dentro de unos márgenes los cuales se encuentran situados entre los 70 °C y los 110 °C, durante un transcurso de tiempo de más de 10 horas y, de una forma preferible, durante un transcurso de tiempo el cual sea inferior a una semana. Este proceso de calentamiento, puede también consistir, así mismo, en una maceración líquida, la cual se lleva a cabo en las mismas condiciones de temperatura y de transcurso de tiempo, y a continuación, a éste le sigue una fase de secado.

En la presente especificación, mediante el término "glucosamina libre", debe entenderse glucosamina no polimerizada.

En la presente especificación, mediante los términos una "alta cantidad de glucosamina", o un "alto contenido de glucosamina"; tal y como éstos se utilizan aquí, significan el hecho de que, la cantidad o contenido de glucosamina, es mayor que el correspondiente a "trazas" de glucosamina, mayor que el correspondiente al material fresco (a saber, no secado), y mayor que el correspondiente a cualquier contenido citado en la literatura de las patentes. De una forma particular, la glucosamina, se encuentra presente en unas cantidades mayores a un porcentaje del 0,5 %, en base a materia seca, siendo dicha cantidad, de una forma preferible, mayor de un porcentaje del 5 %, y de una forma particular, mayor de un porcentaje del 10 %, en base a materia seca.

Tal y como éste se utiliza aquí, en esta especificación, el término una “composición de plantas enriquecida con glucosamina”, se refiere al producto obtenido mediante el procedimiento en concordancia con la presente invención, con etapas de extracción o purificación, o sin ellas. La composición de plantas enriquecida con glucosamina, comprende un alto contenido de glucosamina, de la forma la cual se ha definido anteriormente, arriba.

Las palabras “planta” y “material de plantas”, tal y como éstas se utilizan aquí, en este documento de solicitud de patente, se consideran como siendo sinónimas. Mediante los términos “planta” o “material de plantas”, deberá entenderse cualquier material de plantas el cual sea capaz de generar glucosamina, en concordancia con el procedimiento de la presente invención. El material de plantas el cual se utiliza aquí, puede ser el consistente en cualquier parte de la planta, tal como el consistente en la hojas, en los tubérculos, en las frutas, en las semillas o simientes, en las raíces, en los cereales o granos, o en los cultivos celulares. Tal tipo de material de plantas, puede ser el consistente en cualquier tipo de extracto de plantas, el cual se haya obtenido mediante cualquier tipo de procedimiento de extracción, el cual sea conocido en por parte de aquellas personas expertas en el arte especializado de la técnica, correspondiente al sector de la extracción de plantas, en donde, el extracto de plantas en cuestión, sea capaz de generar glucosamina, en concordancia con el procedimiento de la presente invención.

Tal y como éstos se utilizan aquí, en este documento de solicitud de patente, las palabras “comprende” (o “comprenden”), “comprendiendo” (o “que comprenden”), o palabras similares, no deben interpretarse en un sentido exclusivo o exhaustivo. En otras palabras, éstas deben interpretarse como queriendo dar a entender que incluyen, si bien no de una forma limitativa en cuanto a ello.

Cualquier referencia a los documentos relativos al arte anterior de la técnica, la cual se efectúe en esta especificación, no debe considerarse como siendo una admisión del hecho de que, el arte anterior de la técnica en cuestión, sea ampliamente conocido, o que éste forme parte de los conocimientos generales usuales correspondientes al sector especializado de la técnica.

En un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para la generación de glucosamina, a partir de plantas, el cual comprende las siguientes etapas sucesivas:

- emplazar un material de plantas y por lo menos un precursor de la glucosamina, en un receptáculo,
- cerrar el citado receptáculo,
- calentar el citado receptáculo a una temperatura comprendida dentro de unos márgenes situados entre los 70 °C y los 110 °C, durante un transcurso de tiempo de más de 10 horas.

En concordancia con la presente invención, las composiciones de plantas enriquecidas con glucosamina, comprende un alto contenido de glucosamina y, por ejemplo, un contenido de glucosamina, el cual sea superior a un porcentaje del 0,5 %, en base a materia seca, siendo, dicho contenido de glucosamina, de una forma preferible, el correspondiente a un porcentaje superior a un 5 %, en base a materia seca, y siendo, dicho contenido de glucosamina, de una forma particular, el correspondiente a un porcentaje superior a un 10 %, en base a materia seca.

En una forma preferida de presentación, en concordancia con la presente invención, el material de plantas en cuestión, se trata de un material de plantas, fresco, o de un material de plantas secos, rehidratado.

El material de plantas, se selecciona en cuanto a su capacidad para generar glucosamina libre, mediante el procedimiento de la presente invención. Éste puede comprender una mezcla de material de plantas, el cual difiera, por ejemplo, en las especies usadas y / o en la parte de la planta utilizada.

En una forma preferida de presentación, el material de plantas, se trata de las raíces de la planta.

El material de plantas, se selecciona, de una forma particular, de entre el grupo consistente en las especies de plantas, las cuales contienen sacarosa, fructosa, o inulina, tales como las especies consistentes en las *Cichorium*, *Daucus*, *Helianthus*, *Beta*.

En una forma de presentación, en concordancia con la presente invención, el material de plantas, puede ser, por material procedente de la raíces de la achicoria (*Cichorium intybus*), de las raíces de la zanahoria (*Daucus carota*), del tubérculo de la alcachofa de Jerusalén (*Helianthus tuberosum*), o de las raíces de la remolacha (*Beta vulgaris*).

En una forma preferida de presentación, en concordancia con la presente invención, la especie de plantas, es la *Cichorium intybus* utilizada para la producción de raíces que contienen inulina, o para la producción de la endivia Belga, en los campos o sistemas de cultivo hidropónicos: a saber, chicón, achicoria “witloof”, endivia francesa, endivia blanca, achicoria holandesa, escarola, achicoria común, o “diente de león” italiano, es *Cichorium intybus*. Endivia o achicoria “witloff, es el nombre común el cual se utiliza por parte de la mayoría de los horticultores, para la planta cultivada, mientras que, Endivia Belga, se utiliza más, para el producto finalmente vendido en los almacenes y tiendas de comestibles, para los consumidores. La endivia, es el segundo crecimiento del brote, a partir de la parte superior de la raíz de la achicoria. El primer brote, tiene lugar en el campo en donde, la planta, crece a partir de una

semilla. El segundo brote, tiene lugar fuera de fuera del campo, de una forma usual, en un edificio o pabellón, a oscuras. Cada una de la raíces, tiene un brote principal, el cual conduce al desarrollo del chicón (endivia).

5 En una forma de presentación, puede utilizarse material de plantas, fresco, tratado en concordancia con la presente invención la invención, o bien, material de plantas, tratado en concordancia con la presente invención, como material de partida, y procesarse, para obtener un material de plantas, con un alto contenido de glucosamina, en concordancia con la presente invención.

10 De una forma particular, se utiliza, como material de partida, material de plantas recolectado, secado, y a continuación, rehidratado.

15 La glucosamina, puede formarse, de una forma particular, mediante la condensación de una porción con contenido en nitrógeno y una porción de azúcar. Los precursores de la glucosamina utilizados en concordancia con la presente invención, son compuestos, los cuales proporcionan la porción con contenido en nitrógeno, la cual es necesaria para la formación de la glucosamina. De una forma preferible, éstos consisten en sales de amonio. Los ejemplos de tales tipos de sales de amonio, son el nitrato amónico, el sulfato amónico, el acetato amónico, el dihidrógenosulfato amónico, o la glutamina, entre otros. El precursor de la glucosamina el cual se prefiere, se trata del sulfato amónico, el cual, de una forma sorprendente, ha mostrado unos buenos resultados en el procedimiento en concordancia con la presente invención, y en los documentos de patente internacional WO 2006 / 120 009 y WO 2006 / 120 007.

20 De una forma ventajosa, en concordancia con el procedimiento de la presente invención, una vez se ha llenado el receptáculo, se procede al cierre de éste. Esta etapa, mejora la reproducibilidad del procedimiento de la presente invención. De una forma particular, el contenido de glucosamina, en la composición de plantas con contenido en glucosamina obtenida, no es dependiente del volumen del material de plantas procesado, ni tampoco del volumen de la cámara de secado o de calentamiento. De hecho, la eficiencia de la etapa de calentamiento, en concordancia con la presente invención, no depende, por lo tanto, del espesor del material de plantas.

25 El receptáculo, tal y como se ha descrito anteriormente, arriba, se cierra mediante una tapa de cobertura, justo emplazada sobre éste. En otra forma de presentación, en concordancia con la presente invención, la tapa de cobertura, se trata de un tapón provisto de rosca o, por ejemplo, de una tapa de cobertura abatible.

30 De una forma particular, el receptáculo, tal y como se describe anteriormente, arriba, se trata de un recipiente contenedor, de un frasco, o de una botella.

35 La etapa de calentamiento, en concordancia con procedimiento de la presente invención, puede durar un transcurso de tiempo que va desde las 10 h, hasta las 120 h, tal como, por ejemplo, un transcurso de tiempo que va desde las 12 horas hasta las 96 horas, y de una forma particular, desde las 48 horas hasta las 96 horas.

40 La temperatura de calentamiento del procedimiento, tal y como se ha descrito anteriormente, arriba, es, de una forma preferible, la correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes, los cuales van desde los 70 °C hasta los 110 °C, tal como, por ejemplo, la correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes, los cuales van desde los 70 °C hasta los 91 °C, o desde los 75 °C hasta los 91 °C, y de una forma particular, la correspondiente a un valor de aprox. 75 °C.

45 En otro aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para generar glucosamina, a partir de plantas, de la forma la cual se ha descrito anteriormente, arriba, el cual comprende, de una forma adicional, las siguientes etapas:

- 50 - la apertura del citado receptáculo, y
- el secado de la composición de plantas, enriquecida con glucosamina, obtenida.

55 La etapa de secado, en concordancia con la presente invención, puede llevarse a cabo mediante cualesquiera procedimientos los cuales sean apropiados, y que sean conocidos por parte de aquellas personas expertas en el arte especializado de la técnica, en donde, la temperatura, permanezca a un valor por debajo de los 110 °C, con objeto de evitar la degradación de la glucosamina. Así, por ejemplo, pueden utilizarse los secadores usuales. Es así mismo posible, también, el cambiar las condiciones de presión.

60 En otro aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para generar glucosamina, a partir de plantas, de la forma la cual se ha descrito anteriormente, arriba, en este documento de solicitud de patente, el cual comprende, de una forma adicional, una etapa de extracción de las composiciones de plantas, enriquecidas con glucosamina. Esta etapa de extracción, puede consistir, por ejemplo, en la adición de las citadas composiciones de plantas, enriquecidas con glucosamina, obtenidas, en agua, durante un transcurso de tiempo de aprox. 30 minutos, a la temperatura ambiente. De una forma alternativa, la extracción en cuestión, puede consistir en la adición de las citadas composiciones de plantas enriquecidas con glucosamina, en agua – etanol (50 – 50), durante un transcurso de tiempo de 60 minutos, a la temperatura ambiente.

A continuación, la mezcla resultante, se centrifuga y, el sobrenadante, se somete a secado por congelación (liofilización). De una forma alternativa, la mezcla resultante, se filtra y, el filtrado, se seca adicionalmente.

5 De una forma preferible, las citadas composiciones de plantas enriquecidas con glucosamina, obtenidas, pueden extraerse con una solución tampón, de un alto valor pH, tal como, por ejemplo, con un valor pH igual o superior a 10. De una forma preferible, se utiliza un tampón de carbonato, con un valor pH de 10,8, para la etapa de extracción en concordancia con la presente invención. ,

10 En tales condiciones del valor pH, el amonio, se transforma en amoniaco, el cual es volátil y así, de este modo, se evapora. De forma correspondientemente en concordancia, las composiciones de plantas enriquecidas con glucosamina, de esta forma obtenidas, comprenden una cantidad reducida de residuo de amonio y, de una forma particular, menos de un porcentaje del 0,5 % de iones de amonio, siendo, dicho porcentaje de iones de amonio, de una forma preferible, de menos de un 0,1 %.

15 La presente invención, se refiere, de una forma adicional, a un procedimiento para generar glucosamina, a partir de plantas, procedimiento éste, el cual comprende una etapa de extracción de las composiciones de plantas enriquecidas con glucosamina, obtenidas, con una solución tampón, de un valor pH igual o mayor de 10, de la forma la cual se ha descrito anteriormente, arriba, en este documento de solicitud de patente, el cual comprende, de una forma adicional, las siguientes etapas:

20 - ajustar el valor pH de la solución, a un valor de 6,5 a 7,
- añadir una solución de cloruro cálcico,
- añadir etanol.

25 Así, por ejemplo, puede añadirse ácido clorhídrico concentrado, con objeto de ajustar el valor pH de la citada solución obtenida, a un valor de 6,5 a 7.

30 La adición del cloruro cálcico, conduce a la formación de un complejo de sulfato cálcico, el cual precipita, mediante la adición de etanol.

Las composiciones de plantas enriquecidas con glucosamina, obtenidas después de la extracción, comprenden unas cantidades reducidas de iones de amonio y de iones de sulfato, residuales.

35 Unos altos contenidos de iones de amonio y / o de iones de sulfato, en los materiales de plantas o extractos de plantas, enriquecidos con glucosamina, pueden ser perjudiciales, en dependencia del sector de aplicación. De hecho, según se conoce, unos altos contenidos de iones de amonio y de iones de sulfato, son agresivos para la piel, los ojos, y las membranas de las mucosas, y así por lo tanto, deben evitarse dichos altos contenidos de los citados iones, de una forma particular, en el sector de la cosmética, tal como, por ejemplo, para la preparación de cremas tópicas.

40 Las composiciones de plantas enriquecidas con glucosamina, obtenidas, las cuales comprenden uno reducidos contenidos de iones de amonio y de iones de sulfato, residuales, de la forma la cual se ha descrito anteriormente, arriba, en este documento de solicitud de patente, pueden así utilizarse, en una amplia gama de aplicaciones, y, por ejemplo, para la preparación de composiciones cosméticas, tales como las consistentes en las cremas tópicas, antienvjecimiento.

45 En otro aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de plantas, enriquecida con glucosamina, la cual comprende menos de 5 g iones de amonio, por kg de materia seca, la cual es susceptible de poderse obtener mediante el procedimiento anteriormente descrito, aquí, en este documento de solicitud de patente. Así, por ejemplo, las citadas composiciones de plantas, enriquecidas con glucosamina, comprenden por lo menos un porcentaje del 0,5 % de glucosamina, en base a materia seca, y de una forma preferible, un porcentaje mayor del 5 % de glucosamina, y de una forma particular, un porcentaje mayor del 10 % de glucosamina, en base a materia seca.

50 De una forma particular, las citadas composiciones de plantas enriquecidas con glucosamina, comprenden menos de un porcentaje del 0,5 %, de iones de amonio, en base a materia seca. De una forma preferible, éstas contienen un porcentaje de menos de un 0,5 %, de iones de amonio y un porcentaje de menos del 0,5 % de sulfato, en base a materia seca, conteniendo, de una forma particular, menos de un 0,1 % de iones de amonio, y menos de un 0,2 % de iones de sulfato, en base a materia seca.

60 En un aspecto adicional de la presente invención, se proporcionan composiciones alimenticias o composiciones cosméticas, las cuales comprenden de plantas enriquecidas con glucosamina, la cuales contienen menos de 5 g de iones de amonio, por kg de materia seca, de la forma la cual se ha descrito anteriormente, arriba, en este documento de solicitud de patente. De una forma preferible, la composición cosmética en cuestión, se trata de una crema tópica.

La presente invención, se describe, de una forma adicional, con referencia a los ejemplos los cuales se facilitan abajo, a continuación. Se apreciará el hecho de que, la invención, de la forma la cual ésta se reivindica, no pretende limitar, de ningún modo, los ejemplos facilitados.

5 Las personas expertas en el arte especializado de la técnica, reconocerán el hecho de que pueden llevarse a cabo muchas variaciones, en estos ejemplos, para cubrir una amplia gama de fórmulas, de ingredientes, de procesos, y de mezclas, con objeto de ajustar, de una forma razonable, los niveles que acontecen, de una forma natural, de los compuestos de la presente invención, para una variedad de aplicaciones.

10 EJEMPLO 1: Formación de glucosamina, mediante el proceso de calentamiento y de secado a nivel de laboratorio.

Se procede a remojar 200 g de cubitos o dados de raíces de achicoria, secos, de procedencia comercial (de un tamaño de 0,5 cm x 0,5 cm x 0,5 cm), en una solución de sulfato amónico 0,5 M, durante un transcurso de tiempo de 3 horas. Después de haber procedido al drenaje, los cubitos o dados en cuestión, se emplazan en un recipiente, en donde se coloca entonces una tapa de cobertura, sobre éste. Se procede, a continuación a emplazar este recipiente, cerrado, en un horno (ligante), a una temperatura de 75 °C, durante un transcurso de tiempo de 48 horas.

A continuación, se procede a la apertura del recipiente y, los cubitos o dados, se esparcen (en una capa de cubitos o dados de 10 cm), para proceder al secado de éstos, manteniendo la temperatura a un valor de 75 °C.

20 Subsiguientemente, se procede a la extracción de 2 g de las raíces de achicoria, procesadas, en forma de una materia en polvo, con 200 ml de agua, durante un transcurso de tiempo de 30 minutos, a la temperatura ambiente. Después de haber procedido al proceso de centrifugación, se procede a secar por congelación (liofilizar) el sobrenadante. Una alícuoto de este sobrenadante, se utiliza para el estudio analítico.

25 Análisis de la glucosamina, del sulfato y del amonio

Se procede a filtrar un alícuoto del sobrenadante, antes del secado por congelación (liofilización), sobre un filtro de del tipo Acrodisc, de 0,45 µm.

30 El análisis de la glucosamina, se lleva a cabo en una columna de capilaridad de intercambio de iones, del tipo Dionex PA 20 (4 x 250 mm), mediante un aparato de la clase DIONEX ICS5000.

35 El análisis del sulfato, se lleva a cabo en un pack de intercambio de iones, provisto de una columna analítica de 4 x 250 mm, del tipo "ion exchange Dionex IonPac AS11-HC12 Analytical column 4 x 250 mm" mediante un aparato de la clase DIONEX ICS2500.

40 El análisis del amonio, se lleva a cabo en un pack de intercambio de iones, provisto de una columna analítica de 4 x 250 mm, del tipo "ion exchange Dionex Ionpac CS 12 Analytical column 4 x 250mm P/N 044001", mediante un aparato de la clase DIONEX ICS2500.

Los resultados obtenidos mediante este análisis, son los siguientes:

- 45 - Glucosamina: 10,02 %, en peso, referido a materia seca.
- Amonio: 3,90 %, referido a materia seca.
- Sulfato: 23,78 %, referido a materia seca.

50 EJEMPLO 2: Formación de glucosamina, mediante el proceso de calentamiento y de secado a nivel de una planta piloto.

Se procede a remojar 10 kg de cubitos o dados de raíces de achicoria, secos, de procedencia comercial (de un tamaño de 0,5 cm x 0,5 cm x 0,5 cm), en una solución de sulfato amónico 0,5 M (30 l), durante el transcurso de toda la noche. Después de haber procedido al drenaje, los cubitos o dados en cuestión, representan un peso en húmedo de más de 35 kg, y éstos se emplazan en dos recipientes de acero inoxidable (con un volumen disponible de 75 l, cada uno de ellos), en donde se coloca entonces una tapa de cobertura, sobre éstos y éstos se emplazan en un horno (ligante), a una temperatura de 75 °C, durante un transcurso de tiempo de 48 horas.

Los protocolos de extracción y analítico, se llevan a cabo de la misma forma que en el ejemplo 1 (mediante el ajuste del volumen de extracción).

60 Los resultados obtenidos mediante este análisis, son los siguientes:

- Glucosamina: 8,09 %, en peso, referido a materia seca.
- Amonio: 3,2 %, referido a materia seca.
- Sulfato: 22,9 %, referido a materia seca.

65

EJEMPLO 3: Extracción de la glucosamina y eliminación de los residuos de amonio

5 Se procede a la extracción de 2 g del material en polvo procesado, de la misma forma que en el ejemplo 1, durante el transcurso de toda la noche, mediante 180 ml de una solución tampón de carbonato, a un valor pH de 10,8, en lugar de agua.

10 A continuación, se procede a añadir 180 ml de Na_2CO_3 0,1M y 20 ml de NaHCO_3 0,1M; pH 10,8, a la temperatura ambiente (ó a un pH de 10,6, a una temperatura de 37 °C). Después de haber procedido al proceso de filtrado, el amonio, se transforma en amoníaco, y éste se evapora, mediante la utilización de un evaporador rotativo. Se procede, a continuación, a secar por congelación (liofilizar), la solución restante.

El protocolo analítico, se lleva a cabo de la misma forma que en el ejemplo 1 (mediante el ajuste del volumen de extracción).

15 Los resultados obtenidos mediante este análisis, son los siguientes:

- Glucosamina: 8,97 %, en peso, referido a materia seca.
- Amonio: 0,07 %, referido a materia seca.
- 20 - Sulfato: 21,39 %, referido a materia seca.

Este proceso, conduce a extractos, los cuales contienen una alta cantidad de glucosamina, con únicamente trazas del residuo de amonio (< 0,1 %).

25 EJEMPLO 4: Extracción de la glucosamina y eliminación de los residuos de amonio y de sulfato

Se procede a la extracción de 2 g del material en polvo procesado, de la misma forma que en el ejemplo 1, durante el transcurso de toda la noche, mediante 180 ml de una solución tampón de carbonato, a un valor pH de 10,8, en lugar de agua.

30 A continuación, se procede a añadir 180 ml de Na_2CO_3 0,1M y 20 ml de NaHCO_3 0,1M; pH 10,8, a la temperatura ambiente (ó a un pH de 10,6, a una temperatura de 37 °C). Después de haber procedido al proceso de filtrado, el valor pH de la solución, alcanza un nivel de 6,5 – 7, mediante la adición de HCl concentrado. Después de haber procedido a agitar, durante un transcurso de tiempo de 15 minutos, se procede a añadir CaCl_2 , a la solución, con objeto de alcanzar una concentración del 2 %. Después de una agitación de 1 hora de duración, se añaden 180 ml de etanol (EtOH). Se procede a llevar a cabo un proceso de agitación, durante el transcurso de toda la noche, a una temperatura de 4 °C.

La solución, se centrifuga y, el EtOH, se evapora, mediante la utilización de un evaporador rotativo. Se procede, a continuación, a secar por congelación (liofilizar), la solución restante, sin el EtOH. .

40 El protocolo analítico, se lleva a cabo de la misma forma que en el ejemplo 1 (mediante el ajuste del volumen de extracción).

Los resultados obtenidos mediante este análisis, son los siguientes:

- 45 - Glucosamina: 1,80 %, en peso, referido a materia seca.
- Amonio: 0,07 %, referido a materia seca.
- Sulfato: 0,10 %, referido a materia seca.

50 Este proceso, conduce a extractos, los cuales contienen una alta cantidad de glucosamina, con únicamente trazas de los residuos de amonio (< 0,1 %) y de sulfato (< 0,2 %).

55 EJEMPLO 5: Extracción de la glucosamina y eliminación de los residuos de amonio y de sulfato, mediante CaCl_2 , a una concentración del 12 %, sin cambios del valor pH.

Se procede a la extracción de 2 g del material en polvo procesado, de la misma forma que en el ejemplo 1, durante el transcurso de toda la noche, mediante 180 ml de una solución tampón de carbonato, a un valor pH de 10,8, en lugar de agua.

60 A continuación, se procede a añadir 180 ml de Na_2CO_3 0,1M y 20 ml de NaHCO_3 0,1M; pH 10,8, a la temperatura ambiente (ó a un pH de 10,6, a una temperatura de 37 °C). Después de haber procedido a agitar, durante un transcurso de tiempo de 15 minutos, se procede a añadir CaCl_2 , a la solución, con objeto de alcanzar una concentración del 12 % de CaCl_2 (21,6 g para 180 ml). Después de una agitación de 1 hora de duración, se añaden 180 ml de EtOH. Se procede a llevar a cabo un proceso de agitación, durante el transcurso de toda la noche, a una temperatura de 4 °C.

La solución, se centrifuga y, el EtOH, se evapora, mediante la utilización de un evaporador rotativo. Se procede, a continuación, a secar por congelación (liofilizar), la solución restante, sin el EtOH. .

5 El protocolo analítico, se lleva a cabo de la misma forma que en el ejemplo 1 (mediante el ajuste del volumen de extracción).

Los resultados obtenidos mediante este análisis, son los siguientes:

- 10
- Glucosamina: 0,55 %, en peso, referido a materia seca.
 - Amonio: 0,00 %, referido a materia seca.
 - Sulfato: 0,04 %, referido a materia seca.

15 Este proceso, conduce a extractos, los cuales contienen una alta cantidad de glucosamina, sin residuos de amonio (0 %), y con únicamente trazas de residuos de sulfato (trazas < 0,05 %).

20 Si bien la presenta invención se ha descrito por vía de ejemplos, se apreciará el hecho de que pueden llevarse a cabo variaciones y modificaciones, sin apartarse del ámbito de la presente invención, tal y como ésta se define en las reivindicaciones anexas. De una forma adicional, allí en donde existan equivalentes conocidos, a las características y rasgos específicos, tales tipos de equivalentes, se incorporan, tal y como si se hubiese hecho de una referencia específica a éstos, en esta especificación.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Un procedimiento para la generación de glucosamina, a partir de plantas, el cual comprende las siguientes etapas sucesivas:
- emplazar un material de plantas y por lo menos un precursor de la glucosamina, en un receptáculo,
 - cerrar el citado receptáculo, mediante una etapa de cobertura,
 - calentar el citado receptáculo a una temperatura comprendida dentro de unos márgenes situados entre los 70 °C y los 110 °C, durante un transcurso de tiempo de más de 10 horas,
- 10 en donde, el precursor de la glucosamina, es un compuesto, el cual proporciona la porción con contenido en nitrógeno, necesaria para la formación de la glucosamina.
- 15 2.- Un procedimiento, según la reivindicación 1, en donde, la citada etapa de calentamiento, tiene una duración de 48 h a 96 h.
- 20 3.- Un procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en donde, el citado precursor de la glucosamina, es una sal de amonio.
- 25 4.- Un procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde, el citado precursor de la glucosamina, es el sulfato amónico.
- 30 5.- Un procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, el cual comprende, de una forma adicional, las siguientes etapas:
- abrir el citado receptáculo, y
 - secar la composición de plantas enriquecida con glucosamina, obtenida.
- 35 6.- Un procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, la cual comprende, de una forma adicional, una etapa de extracción de las composición de plantas, enriquecida con glucosamina, obtenida, mediante una solución tampón, de un pH igual o mayor de 10.
- 40 7.- Un procedimiento, según la reivindicación 6, en donde, la citada solución tampón, es una solución de carbonato, a un pH de 10,8.
- 45 8.- Un procedimiento, según las reivindicaciones 6 ó 7, el cual comprende, de una forma adicional, las etapas siguientes:
- ajustar el pH de la solución, a un valor de 6,5 a 7,
 - añadir una solución de cloruro cálcico,
 - añadir etanol.
- 50 9.- Composición de plantas, enriquecida con glucosamina, susceptible de poderse obtener mediante el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, la cual comprende menos de 5 g de iones de amonio, por kg de materia seca.
- 55 10.- Composición de plantas, enriquecida con glucosamina, susceptible de poderse obtener mediante el procedimiento según la reivindicación 8, la cual comprende menos de 5 g de iones de amonio, por kg de materia seca, y menos de 5 g de iones de sulfato, por kg de materia seca.
- 60 11.- Composición de plantas, enriquecida con glucosamina, según la reivindicación 10, la cual comprende menos de 1 g de iones de amonio, por kg de materia seca, y menos de 2 g de iones de sulfato, por kg de materia seca.
- 12.- Composición alimenticia, la cual comprende la composición de plantas, enriquecida con glucosamina, según una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11.
- 13.- Composición cosmética, la cual comprende la composición de plantas, enriquecida con glucosamina, según una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11.