

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 672 471**

51 Int. Cl.:

A23L 2/04	(2006.01)	A61K 36/185	(2006.01)
A23N 1/02	(2006.01)	A61K 36/28	(2006.01)
A61K 36/9066	(2006.01)	A61K 36/45	(2006.01)
A61K 9/00	(2006.01)	A61K 36/53	(2006.01)
A61Q 19/00	(2006.01)	A23P 30/20	(2006.01)
A61K 8/97	(2007.01)	A23L 33/105	(2006.01)
A61K 36/9068	(2006.01)		
A61K 9/06	(2006.01)		
A61K 9/48	(2006.01)		
A61K 36/11	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.09.2014 PCT/EP2014/069942**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **26.03.2015 WO15040135**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.09.2014 E 14767016 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.03.2018 EP 3046429**

54 Título: **Obtención de un jugo de plantas frescas mediante tratamiento termomecánico y su utilización en cosmética y en terapéutica**

30 Prioridad:

18.09.2013 FR 1358970

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.06.2018

73 Titular/es:

**PIERRE FABRE DERMO-COSMÉTIQUE (50.0%)
45, place Abel Gance
92100 Boulogne-Billancourt, FR y
PIERRE FABRE MÉDICAMENT (50.0%)**

72 Inventor/es:

**MANDEAU, ANNE y
TALON, CHRISTIAN**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 672 471 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

Obtención de un jugo de plantas frescas mediante tratamiento termomecánico y su utilización en cosmética y en terapéutica.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de un jugo de plantas frescas, en el que dichas plantas frescas, con la exclusión de las semillas solas, son sometidas a un tratamiento termomecánico en ausencia de disolvente, seguido de una operación de recuperación del jugo.

10 Un medio ampliamente descrito para obtener un jugo de plantas frescas consiste en un procedimiento de prensado o también de trituración y centrifugación.

La patente EP 0 279 984 describe la utilización en cosmética de un jugo de plantas de la familia de las gramíneas obtenido tras una extracción por aplastamiento, trituración y/o molienda de la planta.

15 Además de los frutos, también se realizan jugos de plantas medicinales (monografía EMEA Echinacée EMEA/HMPC/104945/2006 por ejemplo).

20 Algunas técnicas tienen como objetivo potenciar la extracción de los constituyentes de la membrana, tales como la "Flash détente", técnica muy utilizada para la uva, que permite aumentar la extracción de los antocianos.

El procedimiento denominado suspensión integral de plantas frescas (SIPF) permite obtener unos jugos de plantas frescas, en particular mediante una etapa de criotrituración a -25°C y después a -196°C, y de maceración del polvo obtenido en una solución alcoholizada.

25 Un tratamiento denominado termomecánico consiste en un tratamiento por energía mecánica en condiciones de temperaturas particulares y adaptadas. Unos ejemplos de energía mecánica son, entre otros: presión, trituración, extrusión, etc.

30 La extrusión es un procedimiento mediante el cual un material susceptible de fluir bajo diversas condiciones controladas se ve obligado después a pasar por una hilera a velocidad determinada (Dziezak, J. D. (1989). Single and twin-screw extruders in food processing. Food Technol., Abril, 164-174). Inicialmente, esta tecnología se utilizó en la industria metalúrgica, en Inglaterra, a finales del siglo XVIII. Poco tiempo más tarde, se implantó en la industria agroalimenticia para la fabricación de salchichas, y de pastas alimenticias. Hoy en día, la industria alimenticia utiliza abundantemente esta técnica de extrusión a través de la cocción-extrusión de los productos amiláceos (galletas, bizcochos, aperitivos, etc.) pero también la texturización de las proteínas y la fabricación de alimentos para los animales de crianza o de compañía.

40 Paralelamente, la tecnología de extrusión se ha desarrollado ampliamente para la industria de los termoplásticos, y ha conducido al diseño de nuevos tornillos, a un desarrollo de la tecnología y a una apertura hacia nuevas aplicaciones.

45 Varios estudios se han centrado así en la utilización de la extrusora para realizar acciones químicas, mecánicas, termomecánicas en una sola etapa y en continuo, como por ejemplo la extracción de hemicelulosas (N'Diaye, S., Rigal, L., Larocque, P., Vidal, P.F., 1996. Extraction of hemicelluloses from poplar populus tremuloides, using an extruder type twin-screw reactor: A feasibility study. Bioresearch Technology 57, 61-67) (N'Diaye S., Rigal L. Factors influencing the alkaline extraction of poplar hemicelluloses in a twin-screw reactor: correlation with specific mechanical energy and residence time distribution of the liquid phase (2000) Bioresource Technology, 75 (1), pp. 13-18), de pectinas (Marechal V., Rigal L. Characterization of by-products of sunflower culture - Commercial applications for stalks and heads (1999) Industrial Crops and Products, 10 (3), p. 185-200), etc. En estos casos, se introduce en la extrusora un disolvente ácido o básico al mismo tiempo que la materia prima vegetal, con el fin de facilitar la extracción y la solubilización de las macromoléculas deseadas (extrusión reactiva).

55 Se conocen ya algunas aplicaciones en la extracción de los vegetales: la utilización de la extrusora mono-tornillo para la extracción de aceites a partir de semillas oleaginosas, con lo cual no se inyecta en el manguito ningún disolvente, basándose esta extracción de aceite sólo en la compresión del sólido (Sriti J., Talou T., Faye M., Vilarem G. y Marzouk B. Oil extraction from coriander fruits by extrusion and comparison with solvent extraction processes. (2011) Industrial Crops and Products, 33, 659-664).

60 La extrusión se utiliza también como pretratamiento, en orujos de frutas (manzana, grosella negra, arándano rojo, etc.) en asociación con un soporte sólido tal como el almidón de maíz, con el fin de aumentar la extracción de los compuestos fenólicos (White Brittany L., Howard Luke L., Prior Ronald L.. Polyphenolic composition and antioxidant capacity of extruded cranberry pomace. (2010), J. Agric. Food Chem. 58, 4037-4042.) (Khanal RC, Howard LR, Prior RL. Procyanidin content of grape seed and pomace, and total anthocyanin content of grape pomace as affected by extrusion processing. (2009) J Food Sci, 74: H174-82).

Algunas patentes mencionan la obtención de jugo de plantas frescas mediante extrusión, y entienden por extrusión un tornillo sin fin para transportar la planta con un compresor de pistón. Las ilustraciones muestran un único manguito con un solo tornillo (SU 1 669 978, SU 1 541 071, SU 1 518 142, SU 496 193, SU 3 986 103).

Otra patente menciona un procedimiento para producir un jugo a partir de plantas frescas con, como pretratamiento antes del prensado o la filtración, o bien una trituración de la planta bajo atmósfera inerte, o bien una separación por extrusión al vacío. Sin embargo, la extrusión no es en este caso el medio de extracción del jugo, sino la preparación de la planta antes de la extracción (EP 903 113).

La solicitud WO 2012/098167 describe la obtención de un jugo de cannabis y su utilización como bebida, citando como ejemplo de procedimiento una extrusión en frío. El objetivo en este caso es conservar al máximo las cualidades nutricionales de la planta: aminoácidos, proteínas, vitaminas. La presión de la planta fresca para la obtención del jugo se realiza a unas temperaturas comprendidas entre 10 y 40°C. Por lo tanto no se menciona en este caso ningún tratamiento termomecánico.

El estado de la técnica también se puede completar citando los documentos:

- US nº 5.403.613 (D1)
- WO 97/33596 (D2)
- WO 2012/098167 (D3), y
- Galathea Bisterfels von Meer, "Juice from Cannabis Plants for Food/Beverage, Feed or Biogas" (D4).

El documento US nº 5.403.613 describe un procedimiento de fabricación de zumo de zanahoria por extracción con la ayuda de una solución acuosa de ácido cítrico o de zumo de limón que implica una etapa de calentamiento. El zumo se recupera después mediante el paso por una extrusora de doble tornillo contrarrotativo.

Los documentos WO 97/33596 y WO 2012/098167 describen otros procedimientos de extracción de jugo de diversas plantas, para obtener el extracto en forma de polvo que implica la adición de mono- o di-sacáridos y para obtener una bebida a base de cannabis, respectivamente.

Finalmente, "Juice from Cannabis Plants for Food/Beverage, Feed or Biogas" describe la extracción de jugo de cannabis sin considerar, sin embargo, ningún eventual tratamiento termomecánico en ausencia de disolvente, que prevea inactivar las enzimas endógenas preservando al mismo tiempo las moléculas de compuestos de interés sin ninguna forma nativa.

Es importante recordar que durante el prensado de plantas frescas, la pared vegetal frena a veces la recuperación de algunos compuestos de interés, que pueden ser extraídos, por lo tanto, o bien con la ayuda de un disolvente orgánico, o bien después del tratamiento enzimático. Además, las enzimas se liberan fácilmente y pueden empezar a modificar los compuestos extraídos en el jugo: hidrólisis, oxidaciones, deglicilaciones, etc.

De manera sorprendente e inesperada, la adaptación de una técnica de extrusión ampliamente utilizada en la industria alimentaria para cocer y expandir materias, con fines de extracción, ha permitido recuperar un extracto nativo de la planta fresca. Este jugo de plantas frescas así obtenido según la presente invención se puede utilizar directamente en cosmética o terapéutica.

Por "extrusión" se entiende, según la presente invención, un tratamiento termomecánico que consiste en extruir la planta fresca en una extrusora, preferentemente una extrusora de doble tornillo, asociado a un tratamiento térmico.

En un modo de realización, la extrusión se caracteriza por el paso de la planta fresca por una extrusora de doble tornillo compuesta por:

- una zona de introducción de las plantas frescas: tolva de alimentación
- el cuerpo principal de la extrusora está constituido por uno o varios manguitos en los que giran los tornillos sin fin (corrotativos o contrarrotativos), o segmentos de tornillos. Preferentemente, se tratará de varios manguitos sucesivos adyacentes. Preferentemente, se tratará de dos tornillos sin fin corrotativos. El perfil de los tornillos puede variar según la forma del fileteado de los tornillos (por ejemplo trapezoidal, conjugado, simple o doble, etc.) y del paso de rosca. Cada uno de estos tornillos también puede presentar diferentes tramos (o segmentos) que pueden eventualmente diferir los unos de los otros, por la forma del fileteado y/o por el paso de rosca. Eventualmente, algunos de los tramos constitutivos de estos tornillos pueden corresponder también a unos elementos mezcladores monolobulares, o trilobulares;
- por lo menos un manguito filtrante que:

- ✓ interviene, llegado el caso, para la separación sólido/líquido;
 - ✓ comprende además un medio de filtración, tal como una rejilla; y
 - ✓ se encuentra en particular situado a la salida de la extrusora;
- 5 - unos medios de calentamiento y de enfriamiento, ya que el manguito debe ser regulado en temperatura: de 60 a 300°C.
- unos medios de control de la extrusora, tales como:
- 10 ✓ un grupo de accionamiento: compuesto por un motor reductor y por un divisor de par, que proporcionan la potencia mecánica necesaria para la rotación de los tornillos;
- ✓ autómatas de control: permiten el seguimiento y el control del procedimiento. Los parámetros que se pueden regular son: la velocidad de rotación de los tornillos y la temperatura de cada manguito.
- 15 En un modo de realización particular, la extrusora es una extrusora de doble tornillo con tornillos corrotativos y copenetrantes.
- 20 En otro modo de realización particular de la invención, el procedimiento utiliza una extrusora, y preferentemente una extrusora de doble tornillo, con varios manguitos y terminada por un manguito filtrante, que permite hacer variar la temperatura y al mismo tiempo aplicar un cizallamiento, un mezclado intenso de la materia prima vegetal, lo cual da como resultado arrastrar un gran número de compuestos, desestructurar la materia, pero también inhibir al mismo tiempo las enzimas endógenas mediante un tratamiento térmico.
- 25 El procedimiento según la invención consiste por lo tanto en extraer unas plantas frescas o congeladas con el fin de extraer de ellas un jugo, después en proceder a la recuperación y a la purificación (recogida) de este jugo y, finalmente, en una última etapa opcional, estabilizar el jugo así recogido.
- 30 La presente invención se refiere por lo tanto a un procedimiento de obtención de un jugo de plantas frescas, con la exclusión de las semillas solas, sometidas a un tratamiento termomecánico que consiste en extraer las plantas frescas en una extrusora, asociado a un tratamiento térmico que permite inactivar las enzimas endógenas y conservar las moléculas de compuestos de interés en su forma nativa, en ausencia de disolvente, seguido de una operación de recuperación del jugo.
- 35 Según una característica de la invención, el jugo recuperado se somete a una etapa ulterior de estabilización, clarificación y/o filtración.
- 40 Según otra característica de la invención, el tratamiento termomecánico consiste en una operación de trituración por cizallamiento a unas temperaturas comprendidas entre 60°C y 300°C, preferentemente entre 60°C y 120°C.
- 45 Ventajosamente, el tratamiento termomecánico se realiza en una extrusora de doble tornillo que comprende una primera zona de dos tornillos corrotativos y copenetrantes en la que se realiza la trituración de dichas plantas, y una segunda zona de dos tornillos separados, en la que se realiza la separación sólido/líquido. El flujo en la zona de doble tornillo se genera por un efecto de bombeo y no por fuerzas de fricciones entre tornillos y manguito, como aparece en una extrusora de un solo tornillo.
- 50 Según otra característica de la invención, dicha primera zona de doble tornillo se encuentra situada en el lado de la alimentación de la extrusora con plantas frescas, y dicha segunda zona de doble tornillo se encuentra situada en el lado de la salida de la extrusora.
- 55 Ventajosamente, cada una de dichas zonas comprende por lo menos un manguito y, preferentemente, varios manguitos sucesivos adyacentes.
- Según una característica adicional de la invención, los diferentes manguitos comprenden unos medios de mando y de control de la temperatura y unos medios de calentamiento y/o de enfriamiento.
- 60 Según una característica preferida de la invención, la extrusora de doble tornillo comprende por lo menos un manguito filtrante.
- 65 Según otra característica de la invención, los medios de calentamiento están constituidos por una abrazadera de calentamiento, preferentemente dispuesta en la primera zona.
- Ventajosamente, la alimentación, el transporte, el cizallamiento mecánico y el tratamiento termomecánico que permiten la trituración de las plantas frescas y la extracción del jugo se realizan en la primera zona de la extrusora, y la operación de separación líquido/sólido se realiza en la segunda zona.

De manera ventajosa, la primera zona comprende varios manguitos sucesivos cuyas temperaturas se ajustan de manera que presenten unos niveles de temperaturas crecientes escalonadas entre 60°C y 120°C, y la segunda zona comprende por lo menos un manguito llevado a una temperatura comprendida entre 30°C y 120°C, preferentemente entre 30°C y 100°C.

5 Por "planta fresca" se entiende según la presente invención la totalidad o parte de planta, con la exclusión de las semillas solas, utilizada fresca o (des)congelada, compuesta por 30 a 80% de agua, preferentemente del 30 al 90%.

10 Por "parte de plantas" se entenderá en particular las partes aéreas tales como los tallos, ramas, hojas, frutos y/o flores; y/o las partes subterráneas tales como los rizomas, las raíces y/o los bulbos.

En un modo de realización particular de la invención, se utilizarán las plantas enteras.

15 Entre las plantas que se pueden utilizar en el marco de la presente invención, se pueden citar entre otras: *Avena sativa*, *vena sativa*, *Melilotus officinalis*, *Tropaeolum majus*, *Echinaceae* sp., *Urtica dioica*, *Plantago* sp., *Erigeron canadensis*, *Equisetum arvense*, *Calendula officinalis*, *Melissa officinalis*, *Physalis* sp., *Vaccinum macrocarpon*, *Sambucus nigra*, *Zingiber officinale* y/o *Curcuma* sp., *Betula* sp., *Mentha* sp., *Althaea* sp., las Poaceae, Asteraceae y/o Labieae y preferentemente *Avena sativa*, *Echinaceae purpurea*, *Urtica dioica*, *Plantago lanceolata*, *Equisetum arvense*.

20 En un modo de realización particular, se tratará de: *Avena sativa* (Avena, partes aéreas), *Melilotus officinalis* (Meliloto, partes aéreas), *Tropaeolum majus* (Capuchinas, partes aéreas florecidas), *Echinaceae* sp. (Equinácea, cálices florales), *Urtica dioica* (ortiga, partes aéreas), *Plantago* sp. (plátano, partes aéreas), *Erigeron canadensis* (erigerón de Canadá, partes aéreas), *Equisetum arvense* (cola de caballo, partes aéreas), *Calendula officinalis* (Caléndula, flores), *Melissa officinalis* (Melisa, partes aéreas), *Physalis* sp. (frutos), *Vaccinum macrocarpon* (frutos), *Sambucus nigra* (frutos y/o flores), *Zingiber officinale* (jengibre, rizomas) *Betula* sp. (abedul, hojas) y/o *Curcuma* sp. (rizomas).

30 En un modo de realización preferido, las plantas frescas se seleccionan de entre el grupo siguiente que corresponde a unas plantas cuyos constituyentes activos son más sensibles a la degradación por unas enzimas endógenas, tales como polifenoloxidasas, peroxidasas, mirosinasas, β-glucosidasas, lipoxigenasa:

- 35 - *Avena sativa*
- *Tropaeolum majus*
- *Echinaceae* sp.
- *Urtica dioica*
- *Plantago* sp.
- *Urtica dioica*
- 40 - *Mentha* sp.
- *Melissa officinalis*
- *Betula* sp.
- Poaceae
- Asteraceae
- 45 - Labieae.

En otro modo de realización particular de la invención, se tratará de plántulas de avenas.

50 Por "plántulas de avena" se entiende, en el sentido de la presente invención, la avena antes del espigado, es decir en la fase después de la germinación (aproximadamente de 2 semanas a 2 meses después de la germinación) durante la fase de crecimiento hasta el espigado no incluida. Se denomina "crecimiento" la fase de crecimiento que corresponde al alargamiento del tallo y al ascenso de la espiga en formación, antes de la floración. En la solicitud WO 2010/054879 se describen unos metabolitos secundarios como componentes de un extracto de plántula de avena: los flavonoides y las saponinas de tipo avenacósido.

55 Según un modo de realización de la presente invención, las plantas recolectadas se almacenan de manera intermedia a 4°C para el transporte hacia un túnel de congelación a -40°C.

60 El contenido en humedad de las plantas debe ser como mínimo del 30% para una eficacia completa de la técnica.

Este procedimiento permite por lo tanto trabajar con plantas frescas que no han sufrido ninguna etapa de secado, conservando, de hecho, sus moléculas nativas. La extracción se realiza sin disolvente, el procedimiento es muy rápido, pudiendo el tiempo de estancia de la planta en la extrusora variar de algunos segundos a algunos minutos y preferentemente entre 10 segundos y 5 minutos, en continuo, y permite obtener unos caudales de tratamiento que varían en función del tamaño de la extrusora, de 20 a 500 kg/h de planta, que corresponde a la

obtención de 10 a 300 l de jugo/h.

El procedimiento mecánico de extrusión por doble tornillo provoca la formación de un tapón vegetal que aporta una presión sobre la materia, así como un estallido de las células, una desestructuración de la materia vegetal que permite recuperar un contenido importante en compuestos activos, incluso poco hidrosolubles. Esto aporta una ventaja importante con respecto a un prensado simple o a una extrusión monotornillo.

Además, las modificaciones de temperatura en la etapa de extrusión permiten fluidificar la mezcla orujo-jugo de planta y mejorar así el rendimiento en los casos en los que el jugo es espeso debido a la presencia de mucílagos. Esta temperatura aplicada durante el procedimiento también permite inactivar unas enzimas endógenas y conservar las moléculas en su forma nativa. Esto es muy importante para algunos compuestos que se inactivan rápidamente como, por ejemplo, los glucosinolatos degradados por las mirosinasas (crucíferos), los derivados de ácidos cafeico oxidados por las polifenoles oxidadas (equinácea) (Nüsslein B., Kurzmann M., Bauer R., Kreis W. Enzymatic dégradation of Cichoric acid in Echinacea purpurea préparations (2000) J. Nat. Prod., 63, p. 1615-1618), algunas fitoalexinas activadas por una deglucosidasas (Avenacósidos en la avena), etc. (Morant A.V., Jorgensen K., Jorgensen C., Paquette S.M., Sanchez-Perez R., Moller B.L., Bak S. β -Glucosidasas as detonators of plant chemical defense (2008) Phytochemistry, 69 (9), p. 1795-1813).

La recogida del jugo que consiste en separar el jugo de interés de los restos sólidos se puede llevar a cabo después mediante clarificación y/o filtración.

Por "clarificación" se entiende eliminación de los fragmentos de células presentes en los jugos a la salida de la extrusora. Esta eliminación se puede llevar a cabo gracias a la tecnología de clarificación por efecto centrífugo, que tiene como objetivo eliminar el residuo sólido que podría obstruir el medio filtrante. Esta eliminación se puede llevar a cabo también directamente por filtración con un adyuvante.

Por "filtración" se entiende filtración frontal o tangencial, en la que se puede considerar la presencia de adyuvante de filtración (de tipo perlita, diatomeas, etc.). Esta filtración permite retener los últimos residuos sólidos, siendo el objetivo obtener una solución perfectamente límpida. Puede estar seguida por una filtración sobre membrana con un umbral de corte definido en función del tamaño de las moléculas a considerar. Puede también ser sustituida o estar seguida por una filtración sobre resina o sílice, con el fin de enriquecer en compuesto de interés (por ejemplo: resinas de adsorción).

En un modo de realización particular, la etapa de clarificación-filtración se realizará con la ayuda de un manguito filtrante integrado al final de la extrusora.

Por "estabilización" se entiende, según la presente invención:

- para proporcionar un extracto líquido:
 - ✓ enfriamiento del jugo y después congelación
 - ✓ tratamiento de los jugos por filtración esterilizante sobre 0,22 μ m, pasteurización, esterilización U.H.T, ultrafiltración y conservación en un acondicionamiento adecuado que impida cualquier contaminación posterior al tratamiento: bolsas estériles rellenas al vacío, contenedores estériles de uso único.
 - ✓ el almacenamiento se puede efectuar a temperatura ambiente, a 4°C o a -20°C (congelación).
 - ✓ se podrá también considerar la adición de conservantes (tales como los glicoles, o el ácido sórbico, cítrico, etc.) o de alcohol (mínimo 15°).
- para proporcionar un extracto pastoso: concentración de manera que se obtenga un contenido en materia seca superior o igual al 65%.
- para proporcionar un extracto seco, se pueden considerar las tecnologías de secado al vacío, de liofilización o de atomización.

Los extractos obtenidos, líquidos, pastosos o secos tales como los definidos anteriormente se pueden utilizar tal cual en unas composiciones cosméticas, farmacéuticas o alimenticias, destinadas a ser administradas por vía tópica o vía oral.

Las principales ventajas del procedimiento según la invención con respecto a los procedimientos existentes (prensado y extrusión monotornillo) consisten en:

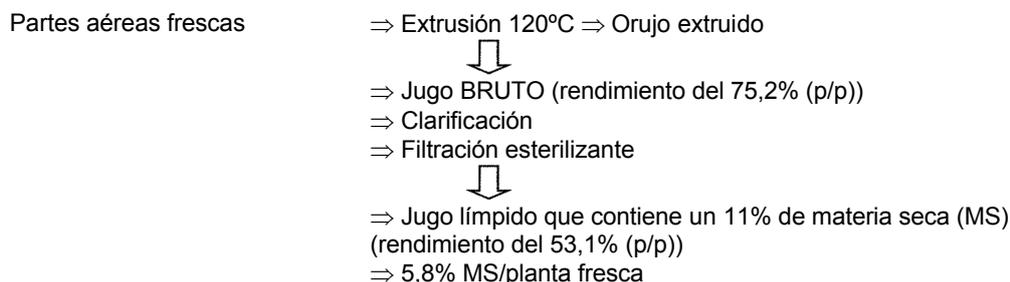
- la obtención de mejores rendimientos en jugos con respecto a la materia fresca introducida (peso del jugo/peso de la materia fresca introducida); y/o

- la obtención de los jugos más ricos en compuestos; y/o
- la obtención de los jugos que contienen moléculas no degradadas por las enzimas liberadas durante el arrugado de la planta fresca.

Ejemplo 1

Se han introducido 12,75 kg de partes aéreas frescas descongeladas (24h a 2°C) de avena (*Avena sativa* L.) recolectadas en ensiladora después de 2 meses de crecimiento (plántulas de avena) en el primer manguito de una extrusora de doble tornillo con tornillos corrotativos y copenetrantes CLEXTRAL BC45 que comprende 5. La temperatura aplicada a los diferentes manguitos es de 30°C/120°C/120°C/120°C/60°C.

El esquema del procedimiento se establece de la siguiente manera (duración total de la etapa de extrusión = 20 minutos; caudal de tratamiento 38 kg de plantas/h y 22 kg de jugo/h):



Después de la extrusión, se obtiene un 57,2% de jugo p/p con respecto a la materia introducida. Se realizaron después unas etapas de clarificación y de filtración esterilizante con el fin de obtener un jugo límpido, con un rendimiento final en jugo del 53,1% que contiene un 11% de materia seca, es decir un rendimiento en materia seca extraída del 5,8% (p/p).

El rendimiento en jugo obtenido por prensado (trituration-prensado-filtración) de la misma materia prima es del 50%, que contiene un 4,5% de materia seca, es decir un rendimiento del 2,25% (p/p).

La tecnología de extrusión permite por lo tanto obtener más jugo, y un jugo más rico en compuestos, y en particular en compuestos bioactivos. En efecto, el contenido en flavonoides del jugo obtenido según el ejemplo 1 es del 0,26%, mientras que es sólo del 0,02% en el jugo obtenido por prensado con la misma materia prima. El contenido en flavonoides se ha multiplicado por lo tanto por 10 en este caso.

Se ha podido también destacar la ventaja de extruir en caliente para el contenido en flavonoides: la temperatura permite extraer más compuestos (incluyendo cuatro veces más flavonoides) y obtener las moléculas nativas, no desnaturalizadas por las enzimas.

Es también lo que se destaca con las saponinas de la avena, los avenacósidos, que se deglucosilan rápidamente por prensado. Las moléculas nativas se encuentran sólo por tratamiento termomecánico: los jugos obtenidos por extrusión a 120°C y 200°C contienen claramente avenacósidos (A y B) a un nivel de 89 mg y 93 mg para 100 g de materia seca. Por lo tanto, no han sido degradados por las deglucosidasas endógenas.

Técnica	Parámetros	Rendimiento jugo *	MS	Rendimiento MS/planta fresca	% flavonoides			Avenacósidos
					/MS	/jugo	/MF	
								Desglucoavenacósidos
Prensado	Trituración y después prensado vitícola, y después filtración	51	3,78	1,94	0,44	0,02	0,01	
Extrusión	25°C	59,70	7,50	4,47	0,80	0,06	0,04	0%
	120°C	53,13	11	5,84	2,40	0,26	0,15	89 mg%g ES
	200°C	48,07	10	4,81	2,30	0,22	0,12	93 mg%g ES
Extracción H2O	1H reflujo			3,10	1,10		0,03	

*: después de la filtración

Ejemplo 2

5 Se introducen 3,14 kg de cálices de equinácea (*Echinacea purpurea* (L.) Moench) frescos descongelados (18h a 2°C) en el primer manguito de una extrusora de doble tornillo con tornillos corrotativos y copenetrantes CLEXTAL BC45 que comprende 5 de ellos. La temperatura aplicada a los diferentes manguitos es de 100°C/100°C/100°C/60°C. El procedimiento, así como el balance, se representan en la tabla siguiente (duración total de la etapa de extrusión: 25 min.; caudal de tratamiento 7 kg de plantas/h y 3 kg de jugo/h):

BALANCE DE LA MATERIA	PROCEDIMIENTO	MAT. SECA
100	PLANTA FRESCA	
48,1	EXTRUSIÓN	16,20%
26,9	CLARIFICACIÓN	10,81%
25	FILTRACIÓN	10,09%

10 Después de la extrusión, se obtuvo por lo tanto un 48,1% de jugo p/p con respecto a la materia introducida. Se realizaron después unas etapas de clarificación y filtración con el fin de obtener un jugo límpido, con un rendimiento final en jugo del 25% que contiene un 10,09% de materia seca, es decir un rendimiento en materia seca del 2,5% (p/p).

15 El contenido en ácidos cafeicos de este jugo es de:

- ácido chicórico: un 1,7%/materia seca, es decir un 0,17% p/v
- ácido caftárico: un 1,21%, es decir un 0,12% p/v

20 Cuando se extruye el jugo a temperatura ambiente, el contenido en ácido chicórico y caftárico es casi nulo debido a la acción de las enzimas. Cuando se obtiene el jugo por prensado de los cálices frescos, el contenido en estas moléculas también es nulo.

25 En efecto, las enzimas liberadas en el prensado (fenoloxidasas) oxidarán rápidamente estas moléculas (Nüsslein B., Kurzmann M., Bauer R., Kreis W. Enzymatic dégradation of Cichoric acid in *Echinacea purpurea* préparations (2000) J. Nat. Prod., 63, p. 1615-1618, R. Bauer Standardization of *Echinacea purpurea* Expressed Juice with Reference to Cichoric Acid and Alkamides, Journal of herbs, Spices & Medicinal Plants Vol. 6, Iss. 3, 1999).

30 Cuando se realiza la extrusión a temperatura ambiente o < a 60°C, las enzimas no se inactivarán y degradarán las moléculas de interés. En este ejemplo, sólo las extrusiones realizadas a 100°C o a 200°C permiten extraer de la planta, sin degradación, los ácidos chicóricos y caftáricos (véase la tabla recapitulativa).

35 La mayoría de los jugos de equinácea presentes en el mercado no contienen estas moléculas, sólo los extractos obtenidos con alcohol de partes aéreas secas poseen estos compuestos activos.

40 Se puede observar también que el procedimiento de extrusión, que utiliza sólo como disolvente el agua naturalmente presente en la planta, permite extraer mucho más compuestos de interés que una extracción acuosa.

Técnica Parámetros		Rendimiento jugo	% MS	Rendimiento MS/planta fresca	Expresado/materia seca		Expresado/planta fresca	
					Ácido caftárico	Ácido chicórico	Ácido caftárico	Ácido chicórico
		%				mg/g		
Prensado	Trituración y después prensado vitícola	36	7,21	2,60	0,00	0,00	0	0
Extrusión	20°C	26,7	8,41	2,24	0,06	0,04	0,014	0,009
	100°C	25,0	10,09	2,72	1,21	1,70	0,33	0,46
	200°C	12,46	12,90	1,61	1,96	3,61	0,33	0,61
Extracción planta seca	Agua a reflujo			4,73	0,22	0,05	0,1	0,023

Ejemplo 3

Se introducen 5,11 kg de partes aéreas frescas descongeladas (20h a 2°C) de melisa (*Melissa officinalis* L.) en el

5 primer manguito de una extrusora de doble tornillo con tornillos corrotativos y copenetrantes CLEXTRAL BC45 que comprende 5 de ellos. La temperatura aplicada a los diferentes manguitos es de 120°C/120°C/120°C/120°C/60°C. El procedimiento así como el balance de la materia se representan en la tabla siguiente (duración de la etapa de extrusión: 7 minutos; caudal de tratamiento 46 kg de plantas/h y 29 kg de jugo/h):

BALANCE DE LA MATERIA	PROCEDIMIENTO	MAT. SECA
100	PLANTA FRESCA	
62,7	EXTRUSIÓN	
49,2	CLARIFICACIÓN	
48,8	FILTRACIÓN	6,5 %

10 En estas condiciones, la extrusión permite obtener un jugo con cerca del 50% de rendimiento y que contiene un 6,5% de materia seca. Esta materia contiene, entre otros, ácido rosmarínico, extraído habitualmente mediante unas mezclas hidroalcohólicas tales como el etanol al 70%. El contenido en ácido rosmarínico en la materia seca extraída por extrusión, sin disolvente orgánico, es en este caso del 2,4% (p/p), es decir comparable con una extracción con etanol al 70%.

15 **Ejemplo 4**

Se introducen 4,5 kg de rizomas de jengibre fresco (*Zingiber officinale* Roscoe) en el primer manguito de una extrusora de doble tornillo con tornillos corrotativos y copenetrantes CLEXTRAL BC45. La temperatura aplicada a los diferentes manguitos es de 60°C/60°C/60°C/60°C/60°C. El procedimiento así como el balance de la materia están representados en la tabla siguiente:

BALANCE DE LA MATERIA	PROCEDIMIENTO	MAT. SECA
100	PLANTA FRESCA	
58,9	EXTRUSIÓN	
50,83	CLARIFICACIÓN	
50,8	FILTRACIÓN	5,2 %

(duración total de la etapa de extrusión: 5 min; caudal de tratamiento 54 kg de plantas/h y 32 kg de jugo/h)

25 **Ejemplo 5**

Se introducen 5,32 kg de rizomas de cúrcuma fresco (*Curcuma longa* L.) en el primer manguito de una extrusora de doble tornillo con tornillos corrotativos y copenetrantes CLEXTRAL BC45. La temperatura aplicada a los diferentes manguitos es de 120°C/120°C/120°C/120°C/120°C. El procedimiento así como el balance de la materia están representados en la tabla siguiente (duración total de la etapa de extrusión: 10 min; caudal de tratamiento 32 kg de plantas /h y 13 kg de jugo/h).

BALANCE DE LA MATERIA	PROCEDIMIENTO	MAT. SECA
100	PLANTA FRESCA	
40,6	EXTRUSIÓN	
34,6	CLARIFICACIÓN	7,5 %

35 El jugo obtenido no se filtra con el fin de conservar los compuestos lipófilos extraídos por extrusión, en suspensión: la curcumina y derivados.

La dosificación muestra que el contenido en el jugo obtenido es importante (8,36%), superior a un jugo presente en la materia seca de un jugo vendido en el comercio (4,52 %, que contiene jugo de cúrcuma, ácido cítrico).

Técnica Parámetros		Rendimiento jugo	% de MS	Curcumin a (m/v)	Curcumin a (m/MS)
		%			
Jugo comercial	Congelación/descongelación/DIC*/prensado/estabilización con ácido cítrico		4,01	0,181	4,52
Extrusión	120°C	34,6	7,5	0,627	8,36

40 *: DIC = liberación instantánea controlada

Ejemplo 6

5 Se introducen 20,5 kg de partes aéreas frescas descongeladas de *Plantago lanceolata* (76% de humedad) en el primer manguito de una extrusora de doble tornillo con tornillos corrotativos y copenetrantes Clextral BC45 que comprende 5 de ellos. La temperatura aplicada a los diferentes manguitos es de 120°C. Se obtiene un 43,8% de jugo a la salida de la extrusora. El procedimiento así como el balance de la materia están representados en la tabla siguiente:

PROCEDIMIENTO	BALANCE DE LA MATERIA	MS
Planta descongelada	100	
Extrusión	45,4	8,11%
Centrifugación	42,3	7,34%
Filtración AF 15	41,4	
UF 0,3 μ	38,4	
Filtración AF 140	36,6	7,11%
UF 10 kDa		6,20%

10 Una etapa de ultra-filtración ha permitido obtener un jugo de mejor calidad organoléptica. Este jugo contiene 6,2% de materia seca. Esta materia seca contiene los activos de interés, iridoideas (1,8%) y ácidos fenólicos (0,3%). Estos valores son parecidos a los obtenidos con un extracto hidroalcohólico EtOH al 30%, y superior a un extracto acuoso. Se obtiene por lo tanto un extracto sin disolvente de calidad equivalente a un extracto hidroalcohólico.

15 **Ejemplo 7**

20 Se introducen 18,8 kg de partes aéreas frescas descongeladas de *Urtica dioica* (76% de humedad) en el primer manguito de una extrusora de doble tornillo con tornillos corrotativos y copenetrantes Clextral BC45 que comprende 5 de ellos. La temperatura aplicada a los diferentes manguitos es de 120°C. Se obtienen 9,4 kg de jugo a la salida de la extrusora, lo cual corresponde al 50% de rendimiento.

25 Este jugo, que contiene al 5,7% de materia seca después de la centrifugación, se puede utilizar tal cual, después de la pasteurización.

Ejemplo 8: cápsulas

Jugo de melisa según el ejemplo 3, liofilizada	200 mg
Almidón	45 mg
Estearato de magnesio	2 mg

Ejemplo 9: crema

Jugo de avena según el ejemplo 1	% en peso
Tribehenina PEG-20 ésteres	1-5%
Neopentanoato de isodecilo	2-7%
Glicerina	2-9%
Palmitato de glicol	0,5-10%
Alcohol cetílico	1-6%
EDTA disódico	0,5 - 3%
Conservantes	0,05-0,25%
Perfume	0,5-3%
Goma xantana	0,2-0,5%
Agua	0,1-0,4%
	cs

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de obtención de un jugo de plantas frescas, caracterizado por que dichas plantas frescas, con la excepción de las semillas solas, se someten a un tratamiento termomecánico que consiste en extruir las plantas frescas en una extrusora de doble tornillo que comprende una primera zona de dos tornillos corrotativos y copenetrantes donde se realiza la trituración de dichas plantas, asociado a un tratamiento térmico que permite inactivar las enzimas endógenas y conservar las moléculas de compuestos de interés en su forma nativa, en ausencia de disolvente, seguido de una operación de recuperación del jugo.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que dicho tratamiento térmico se lleva a cabo a unas temperaturas comprendidas entre 60°C y 300°C, preferentemente entre 60°C y 120°C.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que las plantas frescas sometidas al tratamiento termomecánico están constituidas por las partes aéreas y/o las partes subterráneas de plantas frescas, congeladas o descongeladas.
- 20 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que las plantas frescas sometidas al tratamiento termomecánico se seleccionan de entre *Avena sativa*, *Melilotus officinalis*, *Tropaeolum majus*, *Echinaceae* sp., *Urtica dioica*, *Plantago* sp., *Erigeron canadensis*, *Equisetum arvense*, *Calendula officinalis*, *Melissa officinalis*, *Physalis* sp., *Vaccinium macrocarpon*, *Sambucus nigra*, *Zingiber officinale*; *Curcuma* sp; *Betula* sp., *Mentha* sp., *Althaea* sp., las Poaceas, Asteraceae y/o Labieae.
- 25 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el jugo recuperado se somete a una etapa ulterior de clarificación, filtración y/o estabilización.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que la extrusora de doble tornillo comprende una segunda zona de doble tornillo donde se realiza la separación sólido/líquido.
- 35 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que dicha primera zona de doble tornillo se encuentra situada en el lado de la alimentación de la extrusora con plantas frescas.
- 40 8. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que dicha segunda zona de doble tornillo se encuentra situada en el lado de la salida de la extrusora.
- 45 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que dicha extrusora comprende por lo menos un manguito y preferentemente varios manguitos sucesivos adyacentes.
- 50 10. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que los diferentes manguitos comprenden unos medios de control y de mando de la temperatura y unos medios de calentamiento y/o de enfriamiento.
- 55 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que dicha extrusora de doble tornillo comprende por lo menos un manguito filtrante.
12. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado por que los medios de calentamiento están constituidos por una abrazadera de calentamiento dispuesta preferentemente en la primera zona.
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 6 a 12, caracterizado por que en la primera zona de la extrusora, se realizan la alimentación, el transporte, el cizallamiento mecánico y el tratamiento termomecánico que permiten la trituración de las plantas frescas y la extracción del jugo, y por que la operación de separación líquido/sólido se realiza en la segunda zona.
14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado por que la primera zona comprende varios manguitos sucesivos cuyas temperaturas se ajustan de manera que presenten unos niveles de temperaturas crecientes escalonados entre 60°C y 120°C.
15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 6 a 14, caracterizado por que la segunda zona comprende por lo menos un manguito llevado a una temperatura comprendida entre 30°C y 120°C.