

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 727 335**

51 Int. Cl.:

C08B 15/08	(2006.01)
C08B 15/00	(2006.01)
C08B 1/00	(2006.01)
C08L 1/02	(2006.01)
A61K 8/73	(2006.01)
A61K 47/38	(2006.01)
A61Q 19/00	(2006.01)
A61K 8/02	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.03.2012 PCT/KR2012/002361**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **01.08.2013 WO13111927**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.03.2012 E 12866883 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2019 EP 2808346**

54 Título: **Método para producir biocelulosa seca**

30 Prioridad:

26.01.2012 KR 20120007705

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.10.2019

73 Titular/es:

**YOUCEL CO., LTD. (100.0%)
444-39 Sunhwaro, Iksan-si
Jeollabuk-do 570-977, KR**

72 Inventor/es:

**CHA, JAE YOUNG;
SHIN, SANG MIN;
MOON, MI AE;
KIM, SEUNG GYU y
SEO, KWANG SU**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 727 335 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

Método para producir biocelulosa seca

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un método para producir biocelulosa seca y, más particularmente, a un método para producir una biocelulosa seca que se gelifica rápidamente cuando se le añade agua.

10 **Antecedentes en la técnica**

La celulosa es un compuesto orgánico que es el segundo más abundante en la naturaleza después del carbón. Es el componente principal de las paredes celulares de las plantas superiores. El algodón tiene un contenido de celulosa de un 98 % y las fibras tales como la fibra de lino de cáñamo y la fibra de cáñamo tienen un contenido de celulosa de aproximadamente un 70 %. La celulosa es un compuesto de polímero de cadena lineal, y la celulosa más pura se puede obtener desengrasando las fibras de algodón e hirviendo las fibras de algodón desengrasadas en una solución acuosa alcalina diluida y es un sólido de color blanco, inodoro e insoluble en agua. Un gran número de moléculas de celulosa forman fibras compuestas por micelas que tienen una estructura cristalina que tiene un diámetro de 0,05 nm o más y una longitud de 0,6 nm o más. Las micelas están conectadas entre sí por regiones amorfas.

A diferencia de la celulosa obtenida a partir de plantas, la biocelulosa producida por microorganismos o celulosa microbiana no contiene impurezas tales como lignina o hemicelulosa distintas de celulosa. La biocelulosa se basa en β -1,4 glucano y tiene una estructura de red tridimensional compuesta por fibrillas que tienen un diámetro de 20 a 50 nm. Debido a esta estructura, la biocelulosa tiene propiedades humectantes, propiedades de absorción de agua, alta resistencia y alta resiliencia. Además, la biocelulosa se puede usar como materiales avanzados, tales como materiales industriales de alta resistencia, fibras compuestas, materiales médicos y materiales de inmovilización de enzimas, al mejorar la productividad de las cepas productoras de biocelulosa y establecer las condiciones de manipulación genética y las condiciones de cultivo de las cepas.

Esta biocelulosa se basa en la glucosa y, de ese modo es probable que esté contaminada con hongos o bacterias, que incluyen genes de celulasa, durante el transporte y la producción. Por esta razón, es difícil usar esta biocelulosa para fines industriales. Para facilitar el transporte y la producción y prevenir la contaminación, se ha utilizado biocelulosa seca. Sin embargo, el tiempo requerido para gelificar la biocelulosa es de varias horas a varios días, dependiendo del contenido de celulosa. De ese modo, existe la necesidad del desarrollo de una biocelulosa seca que se gelifique rápidamente.

El documento de Patente WO 2007/106251 A1 se refiere a un método para la producción de celulosa microbiana oxidada provista de ciertas propiedades mecánicas y de degradación, dependiendo de la aplicación de la celulosa.

El documento de Patente WO 89/12107 A1 se refiere a un método para la fabricación de microfibrillas de celulosa bacteriana provistas de características físicas muy diferentes a las de las fibras celulósicas convencionales.

El documento de Patente WO 2011/079380 A1 se refiere a un método para producir un hidrogel nanocompuesto transparente con transmisión de luz mejorada, alto contenido de agua y buena resistencia mecánica.

La publicación de Jia Yuan-Yuan *et al.* ("*Performance Improvement for Biomedical Material - Bacterial Cellulose*", 3rd International Conference on Bioinformatics and Biomedical Engineering (ICBBE 2009), Piscataway, NJ, USA, 11 de junio de 2009, páginas 1-4) se refiere a las mejoras de las propiedades de la biocelulosa para cumplir con los requisitos de materiales biomédicos, obteniéndose tales mejoras mediante la impregnación de la película de biocelulosa con una solución de s-poli-L-lisina y a continuación inmersión de la misma en solución de glicerol.

El documento de Patente JP H09 165402 A se refiere a un método de producción de celulosa bacteriana seca.

55 **Divulgación**

Problema técnico

Un objetivo de la presente invención es proporcionar un método para producir una biocelulosa seca que se pueda gelificar en un período de tiempo corto después del secado.

Solución técnica

Un método para la producción de biocelulosa seca de acuerdo con una realización de la presente invención incluye las etapas de acuerdo con la reivindicación 1.

El compuesto a base de glicol es preferentemente 1,3-butilenglicol.

La biocelulosa deshidratada se puede sumergir en la solución que contiene el compuesto a base de glicol durante 1 minuto a 24 horas.

5

La biocelulosa soportada se puede secar a una temperatura entre -50 °C y 70 °C durante 10 minutos a 72 horas.

La solución que contiene el compuesto a base de glicol puede contener además al menos un componente medicinal seleccionado entre el grupo que consiste en extractos de plantas, vitaminas y antioxidantes.

10

El método puede comprender además una etapa de trituración de la biocelulosa seca hasta un tamaño de 0,01-300 mm.

15

Una biocelulosa seca de acuerdo con otra realización de la presente invención se produce mediante el método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, y se gelifica por exposición o contacto con agua durante 1 segundo a 60 minutos.

20

La biocelulosa seca contiene al menos un componente medicinal seleccionado del grupo que consiste en extractos de plantas, vitaminas y antioxidantes.

La presente invención también se refiere al uso de al menos un compuesto a base de glicol, o de una solución que contiene el al menos un compuesto a base de glicol, de acuerdo con las reivindicaciones 8 y 9.

25

Efectos ventajosos

Un método para la producción de biocelulosa seca de acuerdo con una realización de la presente invención puede evitar que la biocelulosa seca se contamine con microorganismos durante el transporte y la producción, a diferencia de la celulosa que contiene agua disponible en el mercado o usada convencionalmente. De ese modo, la biocelulosa seca no requiere un sistema antimicrobiano separado durante la producción, y se puede almacenar a temperatura ambiente durante un largo período de tiempo, y de ese modo los costes de transporte y producción de la biocelulosa seca se pueden reducir.

30

Además, una biocelulosa seca de acuerdo con una realización de la presente invención se puede gelificar rápidamente dentro de varios segundos a varios minutos. Además, se puede agregar un material medicinal a la biocelulosa seca durante la gelificación para que sea absorbido por la celulosa, de modo que la biocelulosa se pueda usar como un material cosmético o médico que suministra el material medicinal.

35

Descripción de las figuras

40

La Figura 1 es una fotografía que muestra una biocelulosa de acuerdo con una realización de la presente invención, empapada en un compuesto a base de glicol, y la biocelulosa después de secado.

La Figura 2 es una fotografía que muestra una biocelulosa seca de acuerdo con una realización de la presente invención, antes y después de tratamiento con agua destilada.

45

La Figura 3 es una fotografía que muestra una biocelulosa seca que contiene un componente medicinal de acuerdo con una realización de la presente invención, antes y después de tratamiento con agua destilada.

Mejor modo

50

En lo sucesivo en el presente documento, se describirá con detalle un método para la producción de una biocelulosa seca de acuerdo con una realización de la presente invención y una biocelulosa seca.

Un método para la producción de biocelulosa seca de acuerdo con una realización de la presente invención comprende las etapas de:

55

- proporcionar una biocelulosa.
- deshidratar la biocelulosa en una centrífuga durante 10 minutos o más;
- sumergir la biocelulosa deshidratada en una solución que contiene un compuesto a base de glicol, siendo el compuesto a base de glicol al menos uno seleccionado entre 1,3-butilenglicol y propilenglicol; y
- soportar la biocelulosa sumergida sobre tela no tejida o una placa de plástico de tipo malla y secar la biocelulosa soportada.

60

65

La biocelulosa que se usa en la presente invención puede ser biocelulosa producida por microorganismos productores de biocelulosa. En una realización de la presente invención, la biocelulosa puede ser un gel de mandarina, producido de acuerdo con la divulgación del documento de Solicitud de Patente Coreana n.º 2010-0085634 (titulado "Method for preparing cellulose gel using novel *Gluconacetobacter* sp. strain isolated from mandarin juice"; desarrollado por la Administración de Desarrollo Rural de Corea), o biocelulosa producida mediante

la inoculación de *Acetobacter xylinum* en coco producida mediante un método tradicional utilizado en el sudeste asiático. La biocelulosa puede ser una biocelulosa de tipo laminar o molida, pero es preferentemente una biocelulosa de tipo laminar para la conveniencia del proceso. Además, la biocelulosa se usa después de haberse deshidratado suficientemente en una centrifuga durante 10 minutos o más, de modo que el compuesto a base de glicol se pueda absorber fácilmente en la biocelulosa.

El compuesto a base de glicol que se usa en la presente invención puede comprender de un 0,1 a un 10 % de 1,3-butilenglicol o propilenglicol. Como disolvente para el compuesto a base de glicol, se puede usar agua destilada o etanol. El compuesto a base de glicol se agrega a agua destilada o etanol en una cantidad de 0,1-50 partes en peso a base de 100 partes en peso de agua destilada o etanol a una solución de compuesto a base de glicol. La solución de compuesto a base de glicol se absorbe en la biocelulosa deshidratada mediante un método tal como remojo o pulverización. Cuando la biocelulosa se remoja en la solución de compuesto a base de glicol, se remoja preferentemente a temperatura ambiente durante 1 minuto o más.

En una realización de la presente invención, la solución que contiene el compuesto a base de glicol puede contener además 0,1-50 partes en peso de un componente medicinal con el fin de usar la biocelulosa con fines cosméticos o médicos. En el presente documento, el componente medicinal se agrega teniendo en cuenta el hecho de que el componente medicinal se diluye durante el secado o la gelificación después del secado. El componente medicinal se absorbe en la piel a través de la biocelulosa para exhibir efectos beneficiosos en la piel, y se puede seleccionar entre diversos extractos de plantas, vitaminas tales como la vitamina C y vitamina E y antioxidantes tales como ácido hialurónico.

La Figura 1 es una fotografía que muestra una biocelulosa de acuerdo con una realización de la presente invención, empapada o sumergida en un compuesto a base de glicol, y la biocelulosa después de secado.

La Figura 1 (a) muestra la biocelulosa empapada antes del secado, y la Figura 1 (b) muestra la biocelulosa después del secado. La biocelulosa empapada o sumergida se puede secar a una temperatura entre -50 °C y 70 °C durante 10 minutos a 72 horas mediante el uso de un método de secado, tal como liofilización, secado con aire caliente, secado al horno o secado natural. En el presente documento, la biocelulosa se seca preferentemente en un estado en el que se soporta sobre una tela no tejida o una placa de plástico de tipo malla, de modo que el aire se pueda mover en la biocelulosa, el agua se pueda retirar fácilmente de la biocelulosa y la biocelulosa no se pliegue ni quede superpuesta.

El método puede comprender además una etapa de trituración o corte de la biocelulosa seca hasta un tamaño de 0,01 a 300 mm con el fin de facilitar el transporte y almacenamiento. La biocelulosa seca se puede triturar teniendo en cuenta el tamaño que se obtiene cuando la biocelulosa seca se gelifica con el fin de usarla para fines cosméticos, alimentarios o médicos. La biocelulosa seca se puede triturar en polvo utilizando un triturador, y cortar en forma cuadrada o circular.

Una biocelulosa seca de acuerdo con otra realización de la presente invención se produce mediante un método que comprende las etapas de: preparar biocelulosa; remojar o sumergir la biocelulosa en una solución que contiene un compuesto a base de glicol; secar la biocelulosa empapada o sumergida; y mezclar el compuesto a base de glicol con agua o etanol, y se gelifica por exposición o contacto con agua durante 1 segundo a 60 minutos.

El método para la preparación de la biocelulosa seca es el mismo que el método que se ha descrito anteriormente y, de ese modo, se omite la descripción detallada para evitar su duplicación.

La Figura 2 es una fotografía que muestra una biocelulosa seca de acuerdo con una realización de la presente invención, antes y después del tratamiento con agua destilada.

La Figura 2 (a) muestra una biocelulosa seca, y la Figura 2 (b) muestra una biocelulosa gelificada por remojo o inmersión en agua destilada o similar. La biocelulosa seca se puede gelificar tratándola con un exceso de agua destilada durante 1 segundo a 60 minutos. La biocelulosa seca se puede gelificar empapándola o sumergiéndola en agua destilada o rociándola con agua destilada. Se puede observar que la biocelulosa gelificada se restituyó al mismo estado que el de la biocelulosa (antes del secado) que se muestra en la Figura 1 (a).

La Figura 3 es una fotografía que muestra una biocelulosa seca que contiene un componente medicinal de acuerdo con una realización de la presente invención, antes y después del tratamiento con agua destilada.

Por referencia a la Figura 3, una biocelulosa seca de acuerdo con una realización de la presente invención puede contener componentes medicinales tales como extractos de plantas, vitaminas o vitaminas. Los componentes medicinales se absorben en la piel a través de la biocelulosa para exhibir efectos beneficiosos en la piel, y pueden ser diversos extractos de plantas, vitaminas tales como vitamina C y vitamina E y antioxidantes tales como ácido hialurónico.

En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describirá con más detalle con referencia a

ejemplos. Sin embargo, se ha de entender que estos ejemplos tienen únicamente fines ilustrativos y no pretenden limitar el alcance de la presente invención.

Ejemplos

5

Ejemplo 1: Producción 1 de biocelulosa seca

Se deshidrataron 100 g de un gel de mandarina, producido de acuerdo con la divulgación del documento de Solicitud de Patente Coreana n.º 2010-0085634 (titulado "Method for preparing cellulose gel using novel *Gluconacetobacter* sp. strain isolated from mandarin juice"; desarrollado por la Administración de Desarrollo Rural de Corea) en una centrífuga durante 10 minutos. El gel de mandarina deshidratado se empapó o se sumergió en una solución de 25 ml de 1,3-butilenglicol en 75 ml de agua destilada a temperatura ambiente durante 1 minuto o más, de un modo tal que el 1,3-butilenglicol se absorbió suficientemente en el gel de mandarina. El gel de mandarina se secó en un secador durante 2 horas para preparar una biocelulosa seca. Durante el secado, la biocelulosa se soportó sobre una tela no tejida o sobre una placa de plástico de tipo malla, de un modo tal que pudieran moverse el aire y el agua.

Ejemplo 2: Producción 2 de biocelulosa seca (fuera de la invención)

Se deshidrataron 100 g del mismo gel de mandarina que se ha descrito en el Ejemplo 1 en una centrífuga durante 10 minutos. El gel de mandarina deshidratado se empapó o se sumergió en una solución de 25 ml de glicerol en 75 ml de agua destilada a temperatura ambiente durante 1 minuto o más, de un modo tal que el glicerol se absorbió suficientemente en el gel de mandarina. El gel de mandarina se secó en un secador durante 2 horas para preparar una biocelulosa seca. Durante el secado, la biocelulosa se soportó sobre una tela no tejida o sobre una placa de plástico de tipo malla, de un modo tal que pudieran moverse el aire y el agua.

25

Ejemplo 3: Producción 3 de biocelulosa seca

Se deshidrataron 100 g del mismo gel de mandarina que se ha descrito en el Ejemplo 1 en una centrífuga durante 10 minutos. El gel de mandarina deshidratado se empapó o se sumergió en una solución de 25 ml de propilenglicol en 75 ml de agua destilada a temperatura ambiente durante 1 minuto o más, de un modo tal que el propilenglicol se absorbió suficientemente en el gel de mandarina. El gel de mandarina se secó en un secador durante 2 horas para preparar una biocelulosa seca. Durante el secado, la biocelulosa se soportó sobre una tela no tejida o sobre una placa de plástico de tipo malla, de un modo tal que pudieran moverse el aire y el agua.

35

Ejemplo 4: Producción 4 de biocelulosa seca

Se deshidrataron 100 g del mismo gel de mandarina que se ha descrito en el Ejemplo 1 en una centrífuga durante 10 minutos. El gel de mandarina deshidratado se empapó o se sumergió en una solución de 25 ml de 1,3-butilenglicol en 75 ml de etanol a temperatura ambiente durante 1 minuto o más, de un modo tal que el 1,3-butilenglicol se absorbió suficientemente en el gel de mandarina. El gel de mandarina se secó en un secador durante 2 horas para preparar una biocelulosa seca. Durante el secado, la biocelulosa se soportó sobre una tela no tejida o sobre una placa de plástico de tipo malla, de un modo tal que pudieran moverse el aire y el agua.

45

Ejemplo 5: Producción 5 de biocelulosa seca

Se deshidrataron 100 g de una biocelulosa producida mediante la inoculación de *Acetobacter xylinum* en coco producido por un método tradicional utilizado en el sudeste asiático, en una centrífuga durante 10 minutos. El gel de mandarina deshidratado se empapó o se sumergió en una solución de 25 ml de 1,3-butilenglicol en 75 ml de agua destilada a temperatura ambiente durante 1 minuto o más, de un modo tal que el 1,3-butilenglicol se absorbió suficientemente en el gel de mandarina. El gel de mandarina se secó en un secador durante 2 horas para preparar una biocelulosa seca. Durante el secado, la biocelulosa se soportó sobre una tela no tejida o sobre una placa de plástico de tipo malla, de un modo tal que pudieran moverse el aire y el agua.

55

Ejemplo 6: Producción de biocelulosa seca que contiene componente medicinal

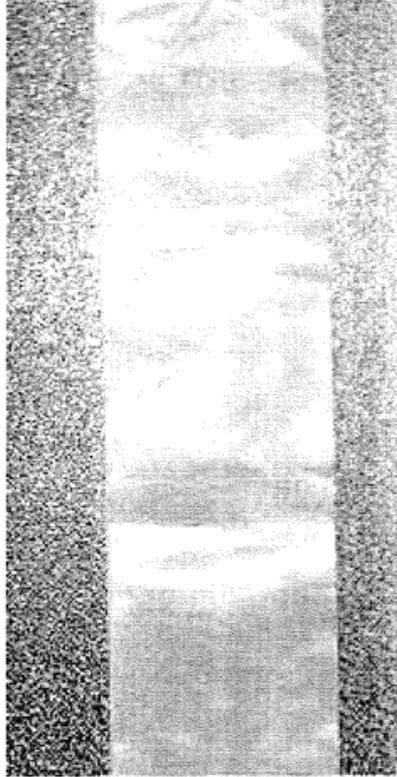
Se deshidrataron 100 g del mismo gel de mandarina que se ha descrito en el Ejemplo 1 en una centrífuga durante 10 minutos. Se mezcló 1 g de un extracto de ginseng con 74 ml de agua destilada y a continuación se mezcló con 25 ml de 1,3-butilenglicol. El gel de mandarina deshidratado se empapó o se sumergió en la mezcla durante 1 minuto o más, de un modo tal que los componentes de la mezcla se absorbieron suficientemente en el gel de mandarina. El gel de mandarina se secó en un secador durante 2 horas para preparar una biocelulosa seca. Durante el secado, la biocelulosa se soportó sobre una tela no tejida o sobre una placa de plástico de tipo malla, de un modo tal que pudieran moverse el aire y el agua.

60

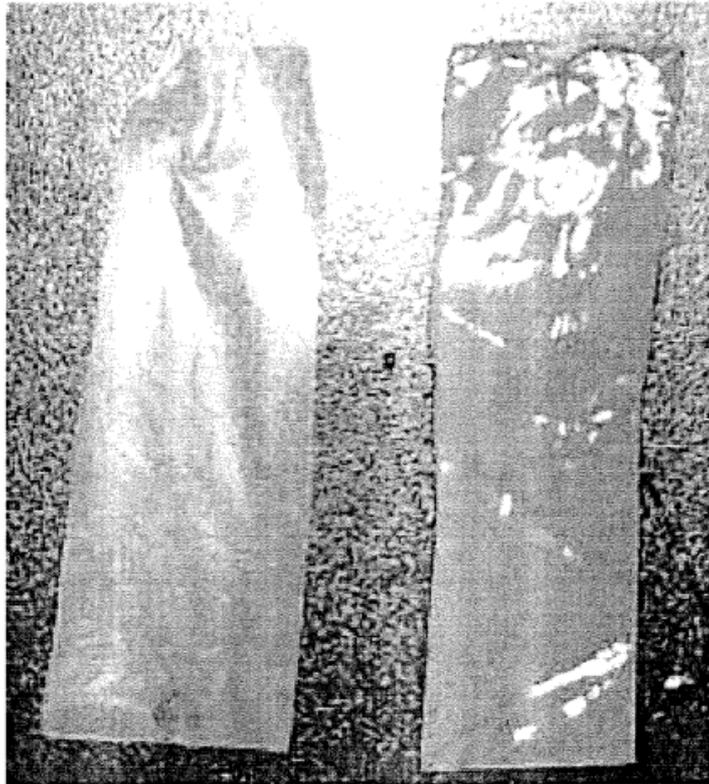
REIVINDICACIONES

1. Un método para producir biocelulosa seca, comprendiendo el método las etapas de:
 - 5 - proporcionar una biocelulosa.
 - deshidratar la biocelulosa en una centrifuga durante 10 minutos o más;
 - sumergir la biocelulosa deshidratada en una solución que contiene un compuesto a base de glicol, siendo el compuesto a base de glicol al menos uno seleccionado entre 1,3-butilenglicol y propilenglicol; y
 - 10 - soportar la biocelulosa sumergida sobre tela no tejida o una placa de plástico de tipo malla y secar la biocelulosa soportada.
2. El método de la reivindicación 1, en el que el compuesto a base de glicol es 1,3-butilenglicol.
3. El método de la reivindicación 1, en el que la biocelulosa deshidratada se sumerge en la solución que contiene el compuesto a base de glicol durante 1 minuto a 24 horas.
- 15 4. El método de la reivindicación 1, en el que la biocelulosa soportada se seca a una temperatura de entre -50 °C y 70 °C durante 10 minutos a 72 horas.
- 20 5. El método de la reivindicación 1, en el que la solución que contiene el compuesto a base de glicol comprende además al menos un componente medicinal seleccionado entre el grupo que consiste en extractos de plantas, vitaminas y antioxidantes.
- 25 6. El método de la reivindicación 1, que comprende además una etapa de trituración o corte de la biocelulosa seca hasta un tamaño de 0,01-300 mm.
- 30 7. Una biocelulosa seca que se produce mediante el método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 y se gelifica por exposición a, o contacto con agua durante 1 segundo a 60 minutos, en donde la biocelulosa seca comprende al menos un componente medicinal seleccionado entre un grupo que consiste en extractos de plantas, vitaminas y antioxidantes.
- 35 8. Uso de al menos un compuesto a base de glicol seleccionado entre 1,3-butilenglicol y propilenglicol en una preparación de una biocelulosa seca a partir de una biocelulosa producida mediante microorganismos productores de biocelulosa, en donde la biocelulosa seca se gelifica por exposición a, o contacto con agua durante 1 segundo a 60 minutos.
- 40 9. Uso de una solución que contiene al menos un compuesto a base de glicol seleccionado entre 1,3-butilenglicol y propilenglicol en una preparación de una biocelulosa seca a partir de una biocelulosa producida mediante microorganismos productores de biocelulosa, en donde la biocelulosa seca se gelifica por exposición a, o contacto con agua durante 1 segundo a 60 minutos.

【FIG 1】



【FIG 2】



【FIG 3】

