



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 272 853**

51 Int. Cl.:
C07C 69/68 (2006.01)
C07C 67/62 (2006.01)
C11D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03014665 .8**
86 Fecha de presentación : **27.06.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1378503**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **07.01.2004**

54 Título: **Éster mentílico de ácido láctico compactado.**

30 Prioridad: **01.07.2002 DE 102 29 472**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2007

73 Titular/es: **Symrise GmbH & Co. KG.**
Muhlenfeldstrasse 1
37603 Holzminden, DE

72 Inventor/es: **Körber, Alfred**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

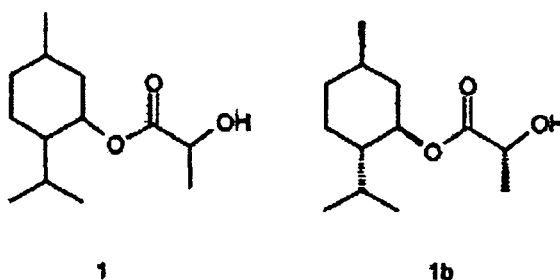
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar 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

Éster mentílico de ácido láctico compactado.

La invención se refiere a compactaciones de éster mentílico de ácido láctico (lactato de mentilo), un método para su preparación a partir de las compactaciones de lactato de mentilo y su uso.

El éster mentílico de ácido láctico (EML, lactato de mentilo) de la fórmula (I) es un compuesto con actividad fisiológica refrescante (enfriadora) sobre la piel y las membranas mucosas del cuerpo, el cual se puede usar en numerosos productos en los que se requiere una acción fisiológica refrescante de larga duración como, por ejemplo, en productos para disfrutar como gomas de mascar, tabaco de mascar, cigarrillos, helado, dulces, bebidas así como en productos para el cuidado del cuerpo y preparados farmacéuticos o cosméticos como productos para aseo de los dientes, enjuagues bucales, perfumes, talcos, lociones, ungüentos, aceites, cremas, preparaciones para protección de la luz, cremas y aguas de afeitar, geles para ducha o champúes. De manera ventajosa se utiliza en estos productos el éster mentílico-1 de ácido láctico-1 (lactato-1 de mentilo-1) (1b).



El EML se consigue comercialmente como destilado solidificado o también como cristalizado. Al almacenarse por un tiempo largo, en la mayoría de casos en el transcurso de varias semanas, el EML desarrolla un olor ácido acre, por lo que se vuelve inutilizable para la mayoría de las aplicaciones propuestas. Además, el producto sólido debe fundirse con frecuencia varias veces antes de la dosificación y de la elaboración del producto o artículo. Esta carga térmica disminuye la calidad del EML adicionalmente. Esta pérdida de calidad va acompañada con frecuencia del aumento del número ácido.

El EML se prepara usualmente mediante una esterificación por catálisis ácida de ácido láctico comercialmente usual con mentol disponible comercialmente, como se describe por ejemplo en EP-B 794 169. Para purificación adicional se somete el destilado a una cristalización, cuyo resultado presenta usualmente una pureza mayor de 99,5% (GC).

Para evitar el toque acre ácido, en el proceso de cristalización se puede adicionar un estabilizador en forma de carbonato y/o hidrocbonato de metal alcalino y/o alcalino térreo, tal como se describe en EP-B 794169. Para lograr la estabilidad deseada, en este caso se cristaliza en presencia de las sales inorgánicas mencionadas. La mezcla de EML y sal inorgánica obtenida mediante este método es sin embargo desventajosa para algunas aplicaciones, especialmente si la sal inorgánica provoca incompatibilidades, enturbiamientos o precipitaciones en la aplicación.

La tarea de la presente invención consistió en lograr una estabilización del lactato de mentilo sin la adición de sal inorgánica.

Se ha encontrado que mediante el prensado (compactación) del lactato de mentilo los cuerpos formados (prensados, compactaciones) se mantienen estables y no cambian sensorialmente durante un espacio de tiempo largo (por lo menos 6 meses). El número de ácido de este lactato de mentilo prensado no cambia durante este tiempo de almacenamiento.

El objeto de la presente invención son por lo tanto prensados con un contenido de éster mentílico de ácido láctico (lactato de mentilo) de por lo menos 95% en peso.

Otro objeto de la presente invención es un método para preparar prensados de éster mentílico de ácido láctico (lactato de mentilo), de acuerdo con la reivindicación 5.

Se prefiere un contenido de EML en el prensado de por lo menos 98% en peso. En una forma de realización preferida el contenido de EML está por encima de 99% en peso. Se pueden obtener diferentes grados de pureza por ejemplo por medio de destilación o cristalización.

De acuerdo con la cristalización todos los isómeros del éster mentílico de ácido láctico (lactato de mentilo) pueden utilizarse en el prensado, es decir se pueden utilizar los ésteres de ácido láctico de mentol, neomentol, isomentol y/o neoisomentol. Estos EML pueden usarse en el prensado como isómeros individuales o también en una mezcla cualquiera. En este caso se puede tratar de éster mentílico de ácido D-láctico, L-láctico o de una mezcla cualquiera de los mismos, como por ejemplo de la mezcla racémica de ácido D/L-láctico. De manera ventajosa los ésteres de ácido

ES 2 272 853 T3

láctico son de mentol, preferiblemente de 1-mentol. De una manera muy preferida el EML es un éster mentílico-1 de ácido láctico-1 (1b).

Se prefiere introducir el EML a la prensa en forma sólida, por ejemplo en forma de cristales, hojuelas o escamas, granulados, polvos o mezclas de estas formas. De acuerdo con la invención se prefieren las hojuelas o escamas de EML. La floculación del EML puede proceder de forma análoga al método descrito en US-A 3 064 311, en el cual un EML líquido se pasa por una rodillo de floculación enfriado para convertirlo en flóculos, hojuelas o escamas.

De acuerdo con la invención los prensados de EML no contienen carbonatos ni hidrocarbonatos de metales alcalinos o alcalino térreos en calidad de estabilizadores. Tampoco es necesaria la adición de otras sustancias de acción estabilizadora.

Los prensados pueden usarse como tales en las aplicaciones, por lo cual se evita una carga térmica como la fusión. Además se proporciona un manejo cómodo y seguro de los prensados en la producción de formulaciones, preparaciones, artículos y productos. Los prensados presentan una buena capacidad de verse y de fluir, lo cual es una ventaja para la dosificación especialmente en el campo técnico e industrial.

La forma de los prensados puede ser diferente. Lo que más se usa son esferas, cubos, paralelepípedos, cojines, cilindros, tabletas, perlas o briquetas, una forma preferida es la perla.

Los prensados formados por compactación se mantienen estables en su forma durante el almacenamiento por varios meses. No tiene lugar una aglomeración, una sedimentación compacta o un intercrecimiento. También se proporciona una buena capacidad de vertimiento y de fluidez así como una capacidad de dosificarse de los prensados de la invención después de unos tiempos de almacenamiento más largos.

Las dimensiones de los prensados pueden variar fuertemente. En el caso de una esfera el diámetro se encuentra en el rango de 2 - 20 mm, preferiblemente en 4 - 10 mm. En el caso de las perlas o pelets la longitud y la anchura están en 3 - 20 mm, preferiblemente en 5 - 15 mm, la altura, la mayoría de las veces, está en el rango de 2 - 15 mm, preferiblemente en 5 - 12 mm.

La fuerza de presión del compactador esta usualmente en el rango de 10 - 100 kN (kilo-Newton), preferiblemente de 30 - 80 kN.

En la compactación de ésteres mentílicos de ácido láctico (lactatos de mentilo) se prefiere utilizar fuerzas de presión lineal de 1,5 - 4 Newton /mm·mm con base en el diámetro.

Métodos de preparación de briquetas que han dado buenos resultados se describen por ejemplo en Chemie - Anlagen + Verfahren (suplementos y métodos - química) 1985, Cuaderno 4, páginas 51,54 y 59.

El siguiente ejemplo ilustra la invención.

Ejemplo

150 - 200 kg de éster mentílico de ácido láctico (lactato de mentilo) (Contenido por CG: 97,3% de éster mentílico-1 de ácido láctico-1, 1,4% de éster mentílico de ácido láctico-d) por hora se alimentan vía un tornillo sin fin con una tolva vibratoria anexada a un compactador de la firma BEPEX GmbH, que consta de dos rodillos de compactación (dimensiones de los rodillos de compactación: ancho 100 mm, diámetro 200 mm). El compactador produjo a temperatura ambiente, con una fuerza de presión de 50 kN, prensados en forma de perlas, cojines o cilindros, con dimensiones de longitud = ancho = 10 mm y una altura = 6 mm.

ES 2 272 853 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Prensados de éster mentílico de ácido láctico (lactato de mentilo), **caracterizados** porque el contenido de lactato de mentilo en el compacto es de por lo menos 95% en peso.
2. Prensados de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizados** porque se relaciona con compactos formados de éster mentílico-1 de ácido láctico-1 (1-lactato de 1-mentilo).
- 10 3. Prensados de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizados** porque el éster mentílico de ácido láctico (lactato de mentilo) en forma de hojuelas se coloca en la prensa.
4. Prensados de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizados** porque éstas se encuentran disponibles en forma de esferas, cubos, paralelepípedos, cojines, cilindros, tabletas, perlas o briquetas.
- 15 5. Proceso para estabilizar éster mentílico de ácido láctico (lactato de mentilo) con un grado de pureza de por lo menos 95% en peso por medio del siguiente paso: prensar el lactato de mentilo para llevarlo a una compactación.
- 20 6. Proceso de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado** porque el éster mentílico de ácido láctico (lactato de mentilo) en hojuelas se coloca en la prensa.
7. Proceso de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 5 a 6, **caracterizado** porque se usa 1-lactato de 1-mentilo.
- 25 8. Proceso de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 5 a 7, **caracterizado** porque el prensado se lleva a cabo con una fuerza de compresión en el rango de 10-100 kN.
9. Uso de prensados de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 4 para elaborar productos a partir de ellos.
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55
- 60
- 65