

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 992 844**

51 Int. Cl.:

C07C 29/76 (2006.01)

C07C 35/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.08.2019 PCT/EP2019/071770**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.02.2020 WO20035515**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.08.2019 E 19752514 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.06.2024 EP 3837233**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento, así como partículas de mentol estables durante el almacenamiento y su uso**

30 Prioridad:

16.08.2018 EP 18189338

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

18.12.2024

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**WLOCH, SEBASTIAN;
HEYDRICH, GUNNAR;
TEBBEN, GERD y
RAULS, MATTHIAS**

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 992 844 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

Procedimiento para la fabricación de partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento, así como partículas de mentol estables durante el almacenamiento y su uso

5

Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento, caracterizado porque las partículas de mentol se almacenan a una temperatura de 0 a 30 °C durante al menos 7 días después de darles forma y a continuación se suministra una cantidad mínima de energía mecánica a las partículas de mentol. La presente invención también se refiere a partículas de mentol estables en almacenamiento y al uso de estas partículas de mentol en bienes de consumo de todo tipo.

10

Estado de la técnica

15

El mentol es un principio activo natural ampliamente usado en las industrias farmacéutica, cosmética y alimentaria. El mentol tiene un efecto refrescante en contacto con las mucosas, especialmente con la mucosa bucal. En las fuentes naturales, tales como el aceite de menta, el mentol se presenta en forma de cuatro pares diastereoméricos de enantiómeros, de los cuales sólo el componente principal, el (-)-mentol o L-mentol, tiene el sabor deseado y otras propiedades sensoriales.

20

Se sabe desde hace tiempo que el L-mentol puede solidificarse en cuatro modificaciones cristalinas diferentes, que presentan propiedades físicas distintas con la misma composición química, tal como ya se describió en J. Am. Química. Soc., Vol. 39 (8), 1917, pp. 1515 a 1525. En particular, los puntos de fusión de estas diversas modificaciones se sitúan entre 33 °C y 43 °C, tal como se describe en Archiv der Pharmazie, 307 (7), 1974, pp. 497 a 503. El punto de fusión de la modificación alfa estable es, por tanto, de 42 a 43 °C.

25

Debido a esta posición de los puntos de fusión, el L-mentol puede suministrarse al usuario intermedio o final tanto en forma de líquido fundido mantenido en recipientes calentados, como en forma de cristales u otros cuerpos moldeados solidificados. En general, todos los sólidos que, como el L-mentol, tienen un punto de fusión justo por encima de la temperatura ambiente tienen una fuerte tendencia a apelmazarse y aglomerarse. Sin embargo, procesar el material horneado de esta manera implica un trabajo adicional considerable y no deseable. Si el L-mentol puro, es decir, el mentol que no ha sido tratado con aditivos como agentes desmoldeantes, se vende como sólido, el tipo de moldeado debe garantizar que el producto llegue al consumidor intermedio o final en forma fluida.

30

35

El mentol está disponible comercialmente, por ejemplo, en forma de grandes agujas de cristal de 0,5 a 3 cm de longitud y de 1 a 3 mm de grosor. Tradicionalmente se cultivan en pequeñas cantidades a partir de aceite de menta extraído de forma natural, en donde el aceite se lleva a cristalización en artesas o tinas en cámaras frigoríficas a lo largo de muchos días. Estas agujas de cristal sólo muestran una buena fluidez a bajas alturas aparentes, pero se apelmazan visiblemente con el aumento de la carga y/o de la temperatura. Estas agujas de cristal también contienen siempre residuos del aceite del que se obtuvieron debido al procedimiento de fabricación. El esfuerzo técnico que supone cristalizar, separar y limpiar las agujas de cristal y el bajo rendimiento espacio-temporal de un procedimiento tan largo lo hacen poco atractivo.

40

El documento DE 25 30 481 se refiere a un dispositivo para cristalizar sustancias, en particular mentoles ópticamente activos, que forman cristales gruesos en forma de agujas y barras en condiciones de cristalización. El procedimiento de cristalización discontinua se lleva a cabo mediante un agitador especial que impide que los cristales se peguen entre sí en la suspensión cristalina. A continuación, se aísla el producto valioso en una centrifugadora y se seca en un secador.

45

Los documentos US 3,023,253 y US 3,064,311 (Bain) describen el L-mentol en escamas y un procedimiento para producir dichos escamas aplicando una masa fundida de L-mentol a un rodillo de inmersión enfriado. Si se desea, la masa fundida de mentol puede colocarse entre un par de rodillos enfriados que giran en sentido contrario. La película de mentol cristalizada en el rodillo de inmersión se trata posteriormente recociéndola con calor y aplicando mentol adicional. Ambos tratamientos posteriores se realizan simultáneamente con un rodillo de aplicación. Las escamas así obtenidas presentan inicialmente una buena capacidad de vertido. Sin embargo, el apelmazamiento se produce tras un almacenamiento prolongado.

50

55

En el documento WO 03/101924 (Symrise), relativo al mentol compactado en forma de compactos de mentol y a un procedimiento para producirlos, también se describe el principio de un mayor engrosamiento de las partículas primarias mediante compactación. Sin embargo, aquí no nos centramos en el efecto del tamaño de las partículas por sí solo, sino en el hecho de que las partículas primarias deben estar presentes en una modificación cristalina específica. Los compactados pueden obtenerse prensando cristales obtenidos por cristalización en disolución o por escamación con un rodillo de enfriamiento.

60

El documento WO 2008/152009 (BASF) describe un procedimiento para la fabricación de L-mentol en forma sólida, en particular en forma de escamas, poniendo en contacto una masa fundida de L-mentol con dos superficies enfriadas

65

separadas entre sí, así como el L-mentol en forma sólida obtenible mediante dicho procedimiento, y su uso para la incorporación en bienes de consumo de todo tipo.

5 El documento WO 2016/016154 (Symrise) describe un procedimiento para la fabricación de refrigerantes sólidos en el que una masa fundida pregrabada, es decir, provista de cristales de siembra, de compuestos de mentol se aplica a una superficie preenfriada mediante goteo uniforme. Las partículas de mentol resultantes en forma de pastillas tienen un lado curvo y otro plano y un diámetro de 1 a 20 mm aproximadamente.

10 El documento EP 3 059 009 A1 (Symrise) describe un procedimiento para el almacenamiento sin apelmazamiento de refrigerantes sólidos, en el que éstos se llenan en envases normalizados con una capacidad máxima de 25 litros, con la condición de que el envase se llene hasta un máximo del 50 % en volumen y la cantidad de llenado no supere un peso de 10 kg.

15 El documento WO2006/097427 (Symrise) describe composiciones sólidas que contienen mentol que comprenden o consisten en un componente sólido de mentol y un componente sólido de sílice.

El documento WO2007/071512 (Symrise) describe partículas esféricas de mentol y un procedimiento para producir partículas esféricas de mentol, en el que una masa fundida de mentol se gotea en agua.

20 El documento WO 2016/034481 (Sandvik) describe un procedimiento y un dispositivo para la fabricación de pastillas de L-mentol, en el que gotas fundentes de una masa fundida de mentol se depositan sobre una cinta de enfriamiento a través de un formador de gotas y se solidifican allí.

25 Teniendo en cuenta el estado de la técnica anteriormente mencionado, el objetivo de la presente invención era proporcionar partículas de mentol estables en almacenamiento y un procedimiento para producir partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento. En particular, el procedimiento debe poder aplicarse a escala técnica con el menor coste de equipamiento posible y un alto rendimiento; las partículas de mentol obtenidas, estabilizadas contra el apelmazamiento, deben ser fluidas y tener una baja tendencia a apelmazarse, especialmente durante un largo período de tiempo. Además, el procedimiento debe ser especialmente económico, es decir, su explotación debe ser rentable.
30 Además, este procedimiento debe ser adecuado para partículas de mentol de diversas formas.

Descripción de la invención

35 Un objeto de la presente invención es un procedimiento para la fabricación de partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento, caracterizado porque las partículas de mentol se almacenan a una temperatura de 0 a 30 °C durante al menos 7 días después de darles forma y, a continuación, se suministra a las partículas de mentol al menos tanta energía mecánica como la que obtienen al

- se llenan 20 kg de estas partículas de mentol
- en una bolsa (B) hecha de una película de polietileno de 0,12 mm de espesor con una longitud L(B) de 660 mm y una anchura B(B) de 690 mm, se cierra la bolsa;
- se envasa esta bolsa en una caja cuboide (K) de cartón ondulado de doble pared con unas dimensiones interiores L(K) de 385 mm de longitud, B(K) de 320 mm de anchura y H(K) de 450 mm de altura y un grosor de cartón ondulado de 6 mm, y
- se deja caer esta caja una vez desde una altura de 1,0 m con el lado formado por L(K) y H(K) de manera plano-paralela sobre una superficie inelástica.

45 El fenómeno conocido como apelmazamiento o aglomeración probablemente se deba esencialmente al agrupamiento de partículas formando aglomerados. Sorprendentemente, se descubrió que las partículas de mentol obtenidas por el procedimiento según la invención se estabilizan frente al apelmazamiento. En particular, esto significa que el número de partículas de un colectivo disminuye en menor medida durante el almacenamiento durante más de 18 semanas a 20 °C que el número de partículas de un colectivo comparativo que no se sometió al procedimiento según la invención. Las partículas de mentol obtenidas de este modo son fluidas incluso después de un almacenamiento de más de 18 semanas a 20 °C y, por lo tanto, se pueden usar directamente sin ningún aporte adicional de energía, por ejemplo, para la fabricación de bienes de consumo tales como preparados cosméticos y farmacéuticos o productos alimenticios y de confitería.

55 El procedimiento según la invención se caracteriza por 2 etapas. En un primer paso, las partículas de mentol que se usarán como productos de partida para el procedimiento según la invención se almacenan a una temperatura de 0 a 30 °C durante al menos 7 días después del moldeo. En un segundo paso, se suministra energía mecánica a las partículas de mentol almacenadas. A las partículas de mentol se les suministra al menos tanta energía mecánica como la que reciben cuando

- se llenan 20 kg de estas partículas de mentol
- en una bolsa (B) hecha de una película de polietileno de 0,12 mm de espesor con una longitud L(B) de 660 mm y una anchura B(B) de 690 mm, se cierra la bolsa,

- se envasa esta bolsa en una caja cuboide (K) de cartón ondulado de doble pared con unas dimensiones interiores L(K) de 385 mm de longitud, B(K) de 320 mm de anchura y H(K) de 450 mm de altura y un grosor de cartón ondulado de 6 mm, y
- se deja caer esta caja una vez desde una altura de 1,0 m con el lado formado por L(K) y H(K) de manera plano-paralela sobre una superficie inelástica.

5

El almacenamiento tras el moldeo puede tener lugar a temperaturas de 0 a 30 °C, preferentemente a temperaturas de 5 a 25 °C, en particular de 10 a 23 °C, preferentemente de 12 a 20 °C. El producto se conserva durante al menos 7 días. Puede almacenarse a 20 °C durante 10 días o a 18 °C durante 21 días, por ejemplo.

10

El tiempo de almacenamiento comienza con la finalización del moldeo de las partículas de mentol que se van a usar. Es el momento en que las partículas de mentol que se van a usar han alcanzado la forma, el tamaño y/o la distribución de tamaño deseados.

15

El periodo de almacenamiento no es crítico si se alcanzan los 7 días. Por lo tanto, son concebibles tiempos de almacenamiento de 14 días, 21 días, pero también de varios meses, tal como 1, 2, 6 o 12 meses o años. El producto suele conservarse durante al menos 7 días y hasta 3 meses, en particular hasta 4 meses, en particular hasta 6 meses.

20

Las condiciones de almacenamiento distintas de la temperatura y el periodo mínimo de almacenamiento no son críticas. Pueden almacenarse en unidades de envasado estándar tales como bolsas, sacos, cajas, bidones o combinaciones de los mismos. Al introducir las partículas de mentol en las unidades de envasado, es conveniente asegurarse de que la temperatura no descienda por debajo del punto de rocío para que no se forme condensación dentro de la unidad de envasado. Lo ideal es que la temperatura no descienda por debajo del punto de rocío durante el almacenamiento. El almacenamiento se realiza preferentemente a una humedad relativa inferior al 65 %.

25

Idealmente, el almacenamiento y el aporte de la energía mecánica tienen lugar en una misma unidad de envasado, por ejemplo en una caja (K) tal como se describe más adelante, un bidón, una bolsa, un saco o contenedores convencionales similares.

30

En una forma de realización de la invención, ambos pasos del procedimiento según la invención se llevan a cabo en una unidad de envasado.

El aporte de energía mecánica puede tener lugar de varias maneras. El factor decisivo es que a las partículas de mentol se les suministra al menos tanta energía como la que reciben al

35

- llenar 20 kg de estas partículas de mentol
- en una bolsa (B) hecha de una película de polietileno de 0,12 mm de espesor con una longitud L(B) de 660 mm y una anchura B(B) de 690 mm, sellar la bolsa,
- envasar esta bolsa en una caja cuboide (K) de cartón ondulado de doble pared con unas dimensiones interiores L(K) de 385 mm de longitud, B(K) de 320 mm de anchura y H(K) de 450 mm de altura y un grosor de cartón ondulado de 6 mm, y
- deja caer esta caja una vez desde una altura de 1,0 m con el lado formado por L(K) y H(K) de manera plano-paralela sobre una superficie inelástica.

40

La cantidad de energía mecánica a introducir puede lograrse introduciendo la energía una vez o introduciendo cantidades parciales de la energía varias veces.

45

Ejemplos de formas adecuadas de aporte de energía mecánica son el impacto horizontal contra una pared; el aporte de energía a través de un peso o un puñetazo sobre las partículas de mentol en reposo, preferentemente como un aporte similar a un impacto; la caída vertical acelerada activa o la caída libre. En una forma de realización preferente del presente procedimiento, la energía mecánica se aplica por caída libre sobre una superficie inelástica. La altura de caída puede estar comprendida entre 1,0 y 5 metros, por ejemplo, entre 1 y 3 metros, por ejemplo, 1,5 metros o 2 metros.

50

En una forma de realización de la presente invención, la energía mecánica puede suministrarse llenando 20 kg de partículas de mentol

55

- en una bolsa (B) hecha de una película de polietileno de 0,12 mm de espesor con una longitud L(B) de 660 mm y una anchura B(B) de 690 mm, sellando la bolsa,
- envasando la bolsa en una caja cuboide (K) de cartón ondulado de doble pared con unas dimensiones interiores L(K) de 385 mm de longitud, B(K) de 320 mm de anchura y H(K) de 450 mm de altura y un espesor de cartón ondulado de 6 mm, y
- dejando caer esta caja una vez desde una altura de al menos 1,0 m hasta una altura de 5 m, preferentemente hasta una altura de 3 m con el lado formado por L(K) y H(K) de manera plano-paralela sobre una superficie inelástica.

60

Sorprendentemente, se descubrió que pueden obtenerse partículas de mentol ventajosas estabilizadas contra el

apelmazamiento mediante la combinación del almacenamiento según la invención y la aplicación de energía mecánica según la invención.

5 Usando el procedimiento según la invención, es posible obtener partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento, en las que la forma, el tamaño o el número de partículas corresponden en gran parte a los de las partículas de mentol usadas.

10 En una forma de realización del procedimiento, se le lleva a cabo de tal manera que el número de partículas al final del procedimiento sigue siendo al menos del 50 %, en particular al menos del 60 %, preferentemente al menos del 70 %, preferentemente al menos del 80 % del número de partículas usadas al principio del procedimiento.

15 En una forma de realización del procedimiento, se le lleva a cabo de tal manera que al menos el 50 % en peso, en particular al menos el 60 % en peso, preferentemente al menos el 70 % en peso, preferentemente al menos el 80 % en peso de las partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento según la invención tengan la misma forma que las partículas de mentol usadas.

20 En una forma de realización del procedimiento, se le lleva a cabo de tal manera que al menos el 50 % en peso, en particular al menos el 60 % en peso, preferentemente al menos el 70 % en peso, preferentemente al menos el 80 % en peso de las partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento según la invención tengan el mismo tamaño que las partículas de mentol usadas.

El experto en la materia puede implementar estas realizaciones, por ejemplo, limitando el aporte de energía mecánica o seleccionando el tipo de aporte de energía mecánica.

25 En una forma de realización de la invención, el procedimiento se lleva a cabo de tal manera que sólo se suministra suficiente energía a las partículas de mentol para que al menos el 50 % en peso, preferentemente al menos el 60 % en peso, en particular al menos el 70 % en peso, preferentemente al menos el 80 % en peso de las partículas conserven su tamaño.

30 En una forma de realización de la invención, el procedimiento se lleva a cabo de tal manera que sólo se suministra suficiente energía a las partículas de mentol para que al menos el 50 % en peso, preferentemente al menos el 60 % en peso, en particular al menos el 70 % en peso, preferentemente al menos el 80 % en peso de las partículas conserven su forma.

35 Las partículas de mentol en el sentido de la invención se entienden como partículas discretas de mentol en forma sólida.

40 Los términos "partículas de mentol", "partículas de mentol a usar" y "partículas de mentol usadas" se refieren a las partículas a usar como productos de partida para el procedimiento según la invención. El término "partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento" se refiere a las partículas que se pueden obtener por el procedimiento según la invención.

45 El tamaño de las partículas de mentol denota la mayor extensión en el espacio de una partícula de cualquier forma. Para las partículas de mentol en forma esférica, el tamaño de la partícula es el diámetro de la esfera; para las partículas de mentol en forma cuboide, el tamaño de la partícula es la diagonal espacial del cuboide.

En una forma de realización preferente de la invención, se usan partículas de mentol que tienen un tamaño comprendido entre 1 y 35 mm, en particular entre 4 y 35 mm, en particular entre 5 y 30 mm, preferentemente entre 10 y 25, preferentemente entre 12 y 24, en particular entre 15 y 20 mm.

50 En una forma de realización preferente de la invención, se usan partículas de mentol que tienen un tamaño en el intervalo de 4 a 35 mm, en particular en el intervalo de 5 a 30 mm, preferentemente de 10 a 25 mm, preferentemente en el intervalo de 12 a 24 mm, en particular de 15 a 20 mm, y cuya proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm es inferior al 5 % en peso, preferentemente superior al 2 % en peso y en particular inferior al 1 % en peso, muy preferentemente inferior al 0,5 % en peso, de manera particularmente preferente inferior al 0,1 % en peso.

55 El tamaño de las partículas y la distribución granulométrica pueden, por ejemplo, determinarse microscópicamente o mediante análisis granulométrico.

60 La geometría de una figura tridimensional, descrita por sus superficies, se denomina cuerpo moldeado. La superficie de un cuerpo moldeado puede estar compuesta por superficies planas o curvas. En lo sucesivo, el término molde se usará como sinónimo de cuerpo moldeado.

65 Las partículas de mentol son conocidas en una amplia variedad de formas, tales como agujas de cristal, poliedros, cubos, cuboides, conos, prismas, esferas, semiesferas, discos esféricos, cilindros, gotas y mezclas de los mismos, etc. Los cuerpos moldeados son el resultado del tipo de fabricación:

5 Las agujas de cristal se obtienen, por ejemplo, cristalizando L-mentol a partir de una solución o una masa fundida que contenga L-mentol. Las agujas de cristal suelen tener una longitud de 0,5 a 3 cm y un grosor de 1 a 3 mm. Debido a su procedimiento de fabricación, las agujas de cristal se caracterizan por una geometría del cuerpo moldeado en la que sólo una expansión en el espacio es múltiplo de las demás expansiones en el espacio. Los gránulos prensados (sinónimo de cristales/tabletas compactados) se obtienen prensando cristales y pueden tener forma de esferas, cubos, cuboides, almohadas o filamentos, por ejemplo, dependiendo de la forma de prensado. Las pastillas pueden obtenerse, por ejemplo, goteando mentol fundido sobre una superficie enfriada. Pueden obtenerse partículas esféricas, por ejemplo, goteando mentol fundido en agua. Las escamas pueden obtenerse, por ejemplo, poniendo en contacto una masa fundida de mentol con dos superficies enfriadas y distantes entre sí.

10 El procedimiento según la invención es adecuado para partículas de mentol independientemente de su cuerpo moldeado. Las partículas de mentol preferentes en el sentido de la invención son partículas de mentol en forma de escamas, esferas o pastillas. Las partículas de mentol en forma de escamas son especialmente apreciadas.

15 Las escamas en el sentido de la presente invención son cuerpos moldeados en los que al menos 2 superficies de los cuerpos moldeados son paralelas entre sí. A efectos de la presente invención, se entiende porescama, en particular, los cuerpos moldeados en los que las 2 superficies mayores de los cuerpos moldeados son paralelas entre sí.

20 La distancia entre las 2 superficies paralelas se denomina espesor de la escama. Si hay más de 2 superficies paralelas entre sí, la distancia entre las 2 superficies, que es la menor, se denomina grosor de la escama.

25 En particular, las escamas deben entenderse como cuerpos moldeados en los que al menos 2 superficies son paralelas entre sí y en los que las dilataciones adicionales del cuerpo moldeado en el espacio (denominadas longitud media del borde de la escama) son al menos 1,25 veces el espesor.

En particular, los cuerpos moldeados en los que al menos 2 superficies son paralelas entre sí deben entenderse como escamas, a excepción de los cuerpos moldeados en los que sólo una extensión del cuerpo moldeado en el espacio es un múltiplo (al menos 3 veces) del espesor.

30 Ejemplos de escamas son los cuboides o cubos. Las escamas son también cuerpos moldeados que se han producido por conminución, en particular refracción, de una película y en los que las superficies no formadas por las superficies paralelas no son perpendiculares a las superficies formadas por las superficies paralelas.

35 Las esferas en el sentido de la presente invención son cuerpos moldeados en los que todas las superficies del cuerpo moldeado son curvas. Ejemplos de esferas son, por lo tanto, las esferas, los cojines o las gotas.

Las pastillas en el sentido de la presente invención son formas que se caracterizan por una superficie plana y una superficie curva opuesta a la superficie plana.

40 Las partículas de mentol que son adecuadas como productos de partida para el procedimiento según la invención son, por ejemplo, las escamas descritos en los documentos WO2008/152009 (BASF) o US 3,023,253 y US 3,064,311, las pastillas según el documento WO 2016/034481 (Sandvik), las pastillas según el documento WO2016/016154 (Symrise) o los gránulos según el documento WO 03/101924 (Symrise).

45 Las partículas de mentol en las que el mentol está presente como L-mentol son particularmente preferentes. Se prefieren especialmente las partículas de mentol en las que más del 80 % en peso, en particular más del 90 %, en particular más del 99,5 %, preferentemente más del 99,7 % en peso, de mentol, en particular L-mentol, está presente en relación con el peso total de la partícula.

50 Los materiales de partida adecuados para producir las partículas de mentol que se usarán según la invención son masas fundidas de L-mentol de la fórmula (I),



55 Nombre IUPAC: 1R, 2S, 5R 2-isopropil-5-metilciclohexanol
 en donde el mentol fundido puede ser de origen natural o sintético y tiene un exceso enantiomérico de normalmente al menos el 95, 96 o 97 % ee hasta el 100 % ee, preferentemente el 98, 98,5 o 99 hasta el 99,9 % ee. En particular, materiales de partida adecuados para el procedimiento según la invención son aquellas masas fundidas de L-menthol que tienen un contenido de L-mentol de al menos el 95, 96 o 97 % en peso o más, preferentemente al menos del 98 a 100 % en peso y

más preferentemente del 98, 98,5 o 99 a 99,9 % (en cada caso basado en el peso total de la masa fundida), además de impurezas como, por ejemplo, restos de disolventes, diaestereómeros del L-mentol de la fórmula (I) o subproductos de procedimientos de síntesis o de aislamiento.

5 Preferentemente, se usa una masa fundida de L-mentol que contiene del 0,1 al 50 % en peso, en particular del 1 al 40 % en peso, en particular del 5 al 35 % en peso, preferentemente del 10 al 30 % en peso de cristales de siembra de mentol.

El porcentaje en peso de cristales de siembra se basa en el peso total de la mezcla de masa fundida y cristales de siembra que se va a usar.

10 Preferentemente, se usa un fundido de L-mentol que contiene del 0,1 al 50 % en peso, en particular del 1 al 40 % en peso, en particular del 5 al 35 % en peso, preferentemente del 10 al 30 % en peso de cristales de siembra de mentol, constituyendo las proporciones restantes en peso la cantidad de L-mentol en forma fundida.

15 Se entiende por L-mentol fundido, por ejemplo, el L-mentol que contiene del 50 al 99,9 % en peso, del 60 al 99 % en peso, en particular del 65 al 95 % en peso, preferentemente del 70 al 90 % en peso de mentol en forma fundida.

El L-mentol fundido preferente es, por lo tanto, una suspensión de cristales de siembra y L-mentol fundido.

20 Los cristales de L-mentol de este tipo, que se denominarán cristales de siembra, pueden obtenerse convencionalmente por cristalización de L-mentol a partir de una solución o de una masa fundida que contenga L-mentol y añadirse a la masa fundida de L-mentol. Esto puede hacerse, por ejemplo, agitando en un recipiente receptor o espolvoreando cristales de L-mentol previamente triturados sobre la masa fundida de L-mentol (la película de cristal líquido). También es posible producir los cristales de siembra usando un enfriador rascador o un extrusor como se describe a continuación y añadiéndolos a la masa fundida de L-mentol. También es posible usar la fracción fina descrita a continuación como cristales de siembra.

25 También es posible producir los cristales de siembra en la masa fundida de L-mentol antes de ponerla en contacto con la superficie enfriada. Los procedimientos adecuados para producir los cristales de siembra en la masa fundida de L-mentol son, por ejemplo, el uso de un enfriador rascador o de un extrusor.

30 Una forma de realización de la invención se caracteriza porque los cristales de siembra se forman tratando en un enfriador rascador la masa fundida de mentol que se va a usar.

35 En una forma de realización preferente, la inoculación se consigue mediante el paso de la masa fundida a través de un intercambiador de calor que funciona por debajo del punto de fusión, cuyas paredes se liberan del material cristalizado mediante un elemento de abrasión, en el que el elemento de abrasión comprende al menos uno, preferentemente varios, elementos en forma de lámina. Ejemplos de elementos planos son las rasquetas o los rascadores. Las disposiciones de este tipo se conocen como rascadores o enfriadores rascadores y se describen, por ejemplo, en G. Arkenbout, Melt Crystallisation Technology, Technomic Publishing Co. 1995, p. 230. Los refrigeradores rascadores adecuados tienen una superficie interior circular cilíndrica refrigerada, por ejemplo, que está cubierta por los rascadores dispuestos sobre un eje giratorio.

40 En una forma de realización, se usan cristales de siembra de L-mentol de este tipo que se obtienen tratando en un enfriador rascador la masa fundida de L-mentol que se va a usar, formándose los cristales de siembra *in situ* en la masa fundida de L-mentol que se va a solidificar, evitando así una etapa de trabajo adicional.

45 En una forma de realización, la temperatura en el enfriador del rascador se ajusta a un intervalo de 10 a 32 °C, en particular de 15 a 20 °C. La temperatura puede ajustarse usando un refrigerante líquido, en particular agua. La masa fundida de mentol puede transportarse a través del enfriador rascador en una sola pasada. También es posible hacer circular la masa fundida de mentol a través del enfriador rascador varias veces hasta que se haya producido la proporción deseada de cristales de siembra.

50 Una forma de realización se caracteriza por el hecho de que los cristales de siembra se forman tratando en una extrusora la masa fundida de mentol que se va a usar.

55 De este modo, las masas fundidas de mentol, en particular las masas fundidas de L-mentol, que contienen del 0,1 al 50 % en peso de cristales de siembra de mentol, en particular de L-mentol, pueden obtenerse haciendo pasar una masa fundida de mentol a través de una extrusora.

60 Un intercambiador de calor con un elemento de abrasión que contiene al menos un elemento en forma de tornillo se denomina extrusor en el sentido de la invención. Tales disposiciones pueden encontrarse, por ejemplo, en C.M. Van't Land, Industrial Crystallisation of Melts, Marcel Dekker 2005, p.161 - 167.

65 El elemento de abrasión puede comprender uno o más dispositivos con elementos en forma de tornillo sinfín, por ejemplo un tornillo sinfín o en particular dos tornillos sinfín (el llamado tornillo sinfín doble). Los dispositivos pueden disponerse en

- 5 el mismo sentido o en sentido contrario. Los dispositivos pueden ser de enclavamiento o de no enclavamiento. Además de los elementos en forma de tornillo, que suelen usarse principalmente para el transporte, cada dispositivo del elemento de abrasión puede contener otros elementos, que suelen usarse principalmente para la mezcla. Los bloques de amasado son ejemplos de este tipo de elementos. Típicamente, el dispositivo del elemento de abrasión tiene diferentes zonas de elementos en espiral y elementos de mezcla.
- En una forma de realización, se usa como extrusor un intercambiador de calor con un tornillo sinfín doble de contramarcha.
- 10 En una forma de realización, se usa como extrusor un intercambiador de calor con un tornillo sinfín doble codireccional. Preferentemente, se usa como extrusora un intercambiador de calor con un tornillo sinfín doble codireccional, en el que los tornillos sinfín están dispuestos de forma entrelazada.
- La masa fundida de mentol puede transportarse a través de la extrusora mediante la rotación del elemento de abrasión o transportarse adicionalmente a través de la extrusora, por ejemplo con la ayuda de una bomba.
- 15 En una forma de realización, la temperatura de la extrusora se ajusta por debajo de 42 °C, preferentemente a una temperatura de 5 a 40 °C, en particular a un intervalo de 10 a 32 °C, en particular de 15 a 20 °C. En otra forma de realización, la temperatura de la extrusora en la entrada y/o en la salida puede fijarse a temperaturas más altas que en el intervalo intermedio. La temperatura puede ajustarse usando un refrigerante líquido, en particular agua. La masa fundida de mentol puede transportarse a través de la extrusora en una sola pasada. También es posible alimentar la masa fundida de mentol a través de la extrusora varias veces en un ciclo hasta que se haya producido la proporción deseada de cristales de siembra.
- 20 En una forma de realización, se usan dichos cristales de siembra de L-mentol que se obtienen tratando en una extrusora la masa fundida de L-mentol que se va a usar según la invención, en la que los cristales de siembra se forman *in situ* en la masa fundida de L-mentol que se va a solidificar, con lo que se evita una etapa de trabajo adicional.
- La proporción de cristales de siembra en la masa fundida de mentol puede determinarse, por ejemplo, midiendo la densidad, midiendo la viscosidad de la masa fundida de L-mentol, el consumo de energía del enfriador rascador u ópticamente, por ejemplo con ayuda de una sonda de luz difusa.
- 30 En una forma de realización preferente, la proporción de cristales de siembra en la masa fundida de L-mentol se determina midiendo la densidad. La densidad de los cristales de L-mentol en la modificación alfa es de 900 kg/m³ a 15 °C. La densidad de los fundidos de mentol a diversas temperaturas se describe, por ejemplo, en Ishchenki, E.D.; Roshchina, G.P. Ukr Fiz Zh Ukr. Ed., 1963, Vol 8, Issue 11 páginas 1241-1249 .
- 35 La proporción de cristales de siembra suele medirse a la salida del enfriador rascador o de la extrusora. Si no se alcanza la proporción deseada de cristales de siembra, la masa fundida de mentol puede volver a introducirse en el enfriador rascador o en el extrusor hasta que se alcance la proporción deseada de cristales de siembra en la masa fundida de mentol. Alternativamente, pueden añadirse cristales de siembra a la masa fundida de L-mentol.
- La masa fundida de L-mentol que se va a usar para la fabricación de las partículas de mentol se usa normalmente a una temperatura en el intervalo de unos 40 a 60 °C, preferentemente de unos 43 a 50 °C. Las masas fundidas de L-mentol en el intervalo de temperaturas por debajo de 42 a 43 °C, es decir, por debajo del punto de fusión del L-mentol, son masas fundidas sobreenfriadas.
- 45 En una forma de realización preferente del procedimiento según la invención, las partículas de mentol se usan en forma de escamas. Pueden obtenerse, por ejemplo, aplicando una masa fundida de L-mentol a una superficie enfriada, tal como un rodillo de inmersión. La película de mentol cristalizada en el rodillo de inmersión puede tratarse posteriormente recociéndola con calor y reforzándola mediante la aplicación de mentol adicional. También se pueden obtener partículas de mentol en forma de escamas, por ejemplo, aplicando una masa fundida de mentol entre un par de rodillos enfriados que giran en sentido contrario.
- 50 En una forma de realización preferente del procedimiento, se usan partículas de mentol en forma de escamas con un espesor de 0,2 a 15 mm, preferentemente de 4 a 10 mm, en particular de 6 a 8 mm.
- En una forma de realización preferente del procedimiento, se usan partículas de mentol en forma de escamas con una longitud de borde media de 5 a 25 mm, preferentemente de 12 a 16 mm.
- 60 En una forma de realización preferente del procedimiento, las partículas de mentol se usan en forma de escamas con un espesor de 0,2 a 15 mm, preferentemente de 4 a 10 mm, en particular de 6 a 8 mm y una longitud media de los bordes de 5 a 25 mm, preferentemente de 12 a 16 mm.
- 65 En una forma de realización preferente del procedimiento, se usan partículas de mentol en forma de escamas, que tienen un tamaño comprendido entre 1 y 35 mm, en particular entre 4 y 35 mm, en particular entre 5 y 30 mm, preferentemente entre 10 y 25 mm, preferentemente entre 12 y 24 mm, en particular entre 15 y 20 mm.

- 5 En una forma de realización preferente del procedimiento, se usan partículas de mentol en forma de escamas, que tienen un tamaño comprendido entre 4 y 35 mm, en particular entre 5 y 30 mm, preferentemente entre 10 y 25 mm, preferentemente entre 12 y 24 mm, en particular entre 15 y 20 mm, y cuya proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm es inferior al 5 % en peso, preferentemente superior al 2 % en peso y en particular inferior al 1 % en peso, muy preferentemente inferior al 0,5 % en peso, de manera particularmente preferente inferior al 0,1 % en peso.
- 10 En una forma de realización preferente del procedimiento, se usan partículas de mentol en forma de escamas obtenidas al poner en contacto una masa fundida de mentol con dos superficies enfriadas separadas entre sí mientras se solidifica la masa fundida de mentol en mentol, donde el contacto entre la masa fundida de mentol en solidificación y las superficies enfriadas se mantiene al menos hasta que se completa la solidificación.
- 15 Ventajosamente, se usan los fundentes de mentol descritos anteriormente. Preferentemente, se usa una masa fundida de L-mentol que contiene del 0,1 al 50 % en peso, en particular del 1 al 40 % en peso, en particular del 5 al 35 % en peso, preferentemente del 10 al 30 % en peso de cristales de siembra de mentol.
- 20 La masa fundida de L-mentol se puede transportar, por ejemplo, a través de un vertedero o de una tubería de temperatura controlada hasta las dos superficies enfriadas, que están separadas entre sí. En esta forma de realización, la masa fundida de L-mentol usada se pone en contacto con dos superficies enfriadas que están separadas entre sí. Preferentemente, la masa fundida de L-mentol usada se encuentra en el espacio entre las dos superficies espaciadas y enfriadas. La masa fundida puede ponerse en contacto con las distintas superficies simultáneamente, es decir, al mismo tiempo, o en momentos diferentes.
- 25 Normalmente, debido a los requisitos de ingeniería del procedimiento, la masa fundida de L-mentol usada se pone en contacto con las dos superficies enfriadas en momentos diferentes, por ejemplo aplicando primero la masa fundida a una zona no enfriada activamente de una de las dos superficies, que se enfría poco tiempo después y entra en contacto adicionalmente con la segunda superficie enfriada.
- 30 Normalmente, debido a los requisitos de ingeniería del procedimiento, la masa fundida de L-mentol usada se pone en contacto con las dos superficies enfriadas en momentos diferentes, de tal modo que la masa fundida entra primero en contacto con una superficie y poco después también con la segunda superficie enfriada. Se ha demostrado que es ventajoso reducir al mínimo el tiempo entre la puesta en contacto de la masa fundida de L-mentol con las respectivas superficies enfriadas, de modo que, dependiendo de la diferencia de temperatura entre la masa fundida de L-mentol usada y la superficie enfriada puesta en contacto en primer lugar, la masa fundida de L-mentol usada aún no se haya solidificado
- 35 amplia o completamente antes de que se establezca el contacto con la segunda superficie enfriada. Normalmente, el tiempo entre la puesta en contacto de la masa fundida de L-mentol usada con la superficie respectiva no es superior a 30 s, preferentemente hasta 20 s y de manera particularmente preferente hasta 10 s.
- 40 En una forma de realización, las superficies enfriadas a usar son superficies lisas, preferentemente secciones planas de tiras sin fin de acero, otros metales, plásticos o combinaciones de estos materiales. Las correas sin fin de acero inoxidable liso o pulido son las preferentes.
- 45 La duración del contacto de la masa fundida usada o de la masa fundida solidificante con las dos superficies enfriadas, denominada en lo sucesivo tiempo de contacto, también puede ser la misma o diferente para las superficies individuales. El tiempo de contacto de la masa fundida con las respectivas superficies enfriadas suele ser de distinta duración, ya que, como se ha mostrado anteriormente, el contacto suele producirse en distintos momentos y, por regla general, el final del tiempo de contacto, es decir, el final del contacto de la masa fundida de L-mentol completamente solidificada con la respectiva superficie enfriada, también se produce en distintos momentos. Independientemente de la secuencia temporal de puesta en contacto de la masa fundida con cada una de las dos superficies enfriadas y del desprendimiento de la masa
- 50 fundida de L-mentol completamente solidificada de las superficies, los tiempos de contacto con respecto a cada una de las superficies enfriadas se solapan en el tiempo, de tal modo que la masa fundida de L-mentol usada o la masa fundida de L-mentol solidificada está en contacto con ambas superficies enfriadas simultáneamente durante un período de tiempo seleccionable.
- 55 En esta forma de realización, el contacto entre la masa fundida de L-mentol en solidificación y las superficies enfriadas se mantiene al menos hasta que se completa la solidificación. La solidificación o la cristalización de la masa fundida de L-mentol usada sólo se considera preferentemente completa cuando el L-mentol obtenido en forma sólida está presente en la modificación alfa al menos en un 80 % en peso aproximadamente o mejor en un 85 a 100 % en peso, preferentemente en un 90 a 100 % en peso, preferentemente en un 95 o 97 a 99,5 % en peso y más preferentemente en un 98 a 99 % en peso. La modificación respectiva del L-mentol solidificado obtenido puede determinarse mediante procedimientos conocidos por el experto, tales como la difracción de rayos X o la difracción de polvo (véase, por ejemplo, Joel Bernstein, Polymorphism in Molecular Crystals, Oxford University Press 2002, págs. 94-150).
- 60 El término "superficies enfriadas" se refiere a superficies que tienen una temperatura inferior al punto de fusión o solidificación del L-mentol de 42 a 43 °C o que están templadas a dicha temperatura. Las superficies enfriadas a usar suelen tener cada una de ellas una temperatura comprendida entre aproximadamente 0 y aproximadamente 40 °C,
- 65

5 preferentemente entre aproximadamente 0 y aproximadamente 35 °C, de manera particularmente preferente entre 5 y 30 °C y de manera muy particularmente preferente entre 10 y 25 °C, especialmente entre 15 y 20 °C, independientemente unas de otras. Ambas superficies pueden tener la misma o distinta temperatura. También es posible modificar individualmente la temperatura de las superficies enfriadas durante el tiempo de contacto respectivo, es decir, subirla o bajarla.

10 En una forma de realización preferente, las dos superficies enfriadas tienen una alineación plano-paralela con una distancia generalmente de 0,2 a 15 mm, preferentemente de 2 a 10 mm, en particular de 3 a 9 mm, en particular de 5 a 8 mm, en particular de 6 a 8 mm entre sí.

15 El término alineación plano-paralela significa que las dos superficies enfriadas tienen la misma distancia sobre toda el área o área parcial puesta en contacto con la masa fundida de L-mentol a solidificar dentro del alcance de las precisiones de medición habituales. El espacio formado entre las dos superficies enfriadas se rellena ventajosamente por completo con L-mentol, ya que así se garantiza la mayor superficie de contacto posible entre las superficies enfriadas y la masa fundida de L-mentol que se va a solidificar.

20 Dependiendo de la proporción de cristales de siembra en la masa fundida de L-mentol usada, de las temperaturas seleccionadas para la masa fundida de L-mentol usada y de la distancia y las temperaturas de las dos superficies enfriadas, el tiempo de contacto de la masa fundida de L-mentol en solidificación con las dos superficies enfriadas se selecciona de tal manera que la solidificación sea completa. Los tiempos de contacto habituales oscilan entre 10 y 300 s, preferentemente entre 120 y 240 s. La solidificación suele completarse tras un tiempo de contacto de unos 10 a unos 300 s, preferentemente de unos 20 a unos 250 s, preferentemente hasta unos 200 s y de manera particularmente preferente de 30 a 150 s, preferentemente hasta 100 s. Los tiempos de contacto mencionados deben entenderse como indicación de los períodos de tiempo durante los cuales hay contacto simultáneo entre la masa fundida de L-mentol o la masa fundida de L-mentol en solidificación o ya solidificada y ambas superficies enfriadas. También es posible prolongar más allá el contacto de la masa fundida de L-mentol solidificada con una de las dos superficies enfriadas.

25 En una forma de realización preferente se pueden conseguir tiempos de contacto cortos y una solidificación completa añadiendo cristales de siembra a la masa fundida antes o durante el contacto con las superficies enfriadas tal como se ha descrito anteriormente.

30 En una forma de realización particularmente preferente, el procedimiento se lleva a cabo usando un enfriador de doble cinta. Los refrigeradores de doble cinta son bien conocidos por los expertos y pueden obtenerse de empresas tales como Ipc Germany GmbH, 70736 Fellbach, Alemania o SBS Steel Belt Systems S.r.L., Italia.

35 Cuando se usan los enfriadores de doble cinta antes mencionados, las superficies enfriadas a usar se realizan en forma de dos cintas sin fin (cintas de enfriamiento), generalmente de acero, que se guían sobre rodillos en sentidos de rotación opuestos (véase C.M. van't Land, Industrial Crystallization of Melts, Marcel Dekker 2005, p. 63). La solidificación del L-mentol fundido a L-mentol en forma sólida tiene lugar entonces en el espacio entre las secciones planoparalelas y enfrentadas de las dos cintas de enfriamiento del enfriador de doble cinta.

40 Para que la masa fundida de L-mentol que se va a solidificar entre en contacto con las dos cintas de enfriamiento lo más simultáneamente posible, es aconsejable que la masa fundida entre en contacto con las cintas de enfriamiento lo más cerca posible del punto donde comienza la separación entre las secciones plano-paralelas de las dos cintas de enfriamiento, de tal modo que se minimice la solidificación prematura de la masa fundida de L-mentol.

45 El procedimiento preferente para producir partículas de mentol en forma de escamas puede llevarse a cabo de manera discontinua, por ejemplo usando sellos enfriados, o de manera continua, por ejemplo usando un enfriador de doble cinta como el mencionado anteriormente. El procedimiento continuo, en particular, ofrece ventajas económicas.

50 La película de L-mentol solidificada obtenida puede entonces retirarse de la(s) superficie(s) enfriada(s) usando procedimientos conocidos por el experto. Dependiendo del procedimiento, la película de L-mentol se desprende directamente de la superficie enfriada o puede retirarse de una o ambas superficies enfriadas usando una cuchilla ajustada. Si la película de L-mentol solidificada se retira de una o de las dos superficies enfriadas, preferentemente de las cintas de enfriamiento de un enfriador de doble cinta usado preferentemente, se obtienen partículas de L-mentol en forma de escamas.

55 Los enfriadores pueden ser ajustados a escamas de L-mentol del tamaño deseado usando procedimientos adecuados de tratamiento posterior. Los procedimientos de tratamiento posterior incluyen la trituración, por ejemplo mediante trituradoras de espigas, trituradoras de pulgares, trituradoras de un eje, cizallas giratorias, trituradoras de impacto o trituradoras de mandíbulas, así como la trituración mediante cribas. Para la trituración se usan preferentemente trituradoras con velocidades lentas, como las comprendidas entre 0,2 m/s y 10 m/s, en particular entre 0,5 m/s y 2,0 m/s.

60 Además, las partículas de un determinado tamaño pueden separarse por tamizado. Los procedimientos de tratamiento posterior mencionados se pueden usar en cualquier combinación.

65

- Las partículas de mentol en forma de escamas obtenidas de este modo pueden tratarse mediante enfriamiento adicional (antes o después de cualquier tratamiento posterior), por ejemplo en un tornillo transportador enfriado o en una cinta transportadora enfriada.
- 5 El procedimiento preferente para producir partículas de mentol en forma de escamas proporciona partículas de L-mentol en forma de escamas que, debido a la solidificación en contacto con dos superficies enfriadas, tienen al menos dos superficies lisas.
- 10 Las partículas de mentol obtenidas por el procedimiento preferente de fabricación de partículas de mentol en forma de escamas tienen un espesor de 0,2 a 15 mm, preferentemente de 2 a 10 mm, en particular de 3 a 9 mm, en particular de 5 a 8 mm, en particular de 6 a 8 mm, en función de la distancia seleccionada entre las dos superficies enfriadas.
- 15 El tamaño de las escamas puede seleccionarse libremente en función del tipo de tratamiento posterior y va desde tiras sin fin hasta escamas muy trituradas. En una forma de realización, las partículas con un tamaño inferior a 4 mm (denominadas finos) pueden separarse, por ejemplo, mediante tamizado. En una realización, los finos separados de este modo pueden añadirse como cristales de siembra a la masa fundida de L-mentol que se va a solidificar.
- 20 En una forma de realización preferente, las partículas de mentol se obtienen en forma de escamas que tienen un tamaño comprendido entre 1 y 35 mm, en particular entre 4 y 35 mm, en particular entre 5 y 30 mm, preferentemente entre 10 y 25 mm, preferentemente entre 12 y 24 mm, en particular entre 15 y 20 mm.
- 25 En una forma de realización preferente, las partículas de mentol se obtienen en forma de escamas que tienen un tamaño comprendido entre 4 y 35 mm, en particular entre 5 y 30 mm, preferentemente entre 10 y 25 mm, preferentemente entre 12 y 24 mm, en particular entre 15 y 20 mm, y cuya proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm es inferior al 5 % en peso, preferentemente superior al 2 % en peso y en particular inferior al 1 % en peso, muy preferentemente inferior al 0,5 % en peso, de manera particularmente preferente inferior al 0,1 % en peso.
- 30 Las partículas de L-mentol así obtenidas en forma de escamas son particularmente adecuadas como partículas de mentol para la fabricación de partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento.
- Otro objeto de la invención se refiere al uso de las partículas de mentol que se pueden obtener por el procedimiento según la invención y estabilizadas contra el apelmazamiento para la fabricación de o en bienes de consumo o productos de consumo tales como preparados farmacéuticos o cosméticos, productos alimenticios, artículos de higiene o de limpieza, productos de confitería o de tabaco.
- 35 Otro objeto de la invención se refiere a las partículas de mentol que se pueden obtener por el procedimiento según la invención y estabilizadas contra el apelmazamiento.
- 40 Un problema general con el almacenamiento de las partículas de mentol es su vida útil limitada. Las partículas de mentol, especialmente en forma de escamas, esferas y pastillas, muestran signos de apelmazamiento tras el almacenamiento. Esto restringe considerablemente el uso de las partículas almacenadas.
- 45 Por lo tanto, un objetivo de la presente invención era proporcionar partículas de mentol que presentaran una mayor estabilidad de almacenamiento.
- Sorprendentemente, se descubrió que las partículas de mentol, que se obtienen llenando 20 kg de partículas de mentol después del moldeo
- 50 a) en una bolsa (B) fabricada con una película de polietileno de 0,12 mm de espesor con unas dimensiones de longitud L(B) de 660 mm y de anchura B(B) de 690 mm, cerrando la bolsa; envasando esta bolsa en una caja cuboide (K) de cartón ondulado de doble pared con unas dimensiones internas de longitud L(K) de 385 mm, anchura B(K) de 320 mm y altura H(K) de 450 mm y un espesor de cartón ondulado de 6 mm
- b) almacenando esta caja durante 10 días a 20 °C en el lado formado por L(K) y H(K), y
- 55 c) dejando caer una vez desde una altura de 1,5 m con el lado formado por L(K) y H(K) de manera plano-paralela sobre una superficie inelástica,
- tienen una mayor estabilidad de almacenamiento.
- Otro objeto de la presente invención se refiere a partículas de mentol estables en almacenamiento que se pueden obtener llenando 20 kg de partículas de mentol después del procedimiento de moldeo
- 60 a) en una una bolsa (B) fabricada con una película de polietileno de 0,12 mm de espesor con unas dimensiones de longitud L(B) de 660 mm y de anchura B(B) de 690 mm, cerrando la bolsa, envasando esta bolsa en una caja cuboide (K) de cartón ondulado de doble pared con unas dimensiones internas de longitud L(K) de 385 mm, anchura W(K) de 320 mm y altura H(K) de 450 mm y un espesor de cartón ondulado de 6 mm
- 65 b) almacenando esta caja durante 10 días a 20 °C en el lado formado por L(K) y H(K), y

- c) dejando caer una vez desde una altura de 1,5 m con el lado formado por L(K) y H(K) de manera plano-paralela sobre una superficie inelástica,
 en donde la estabilidad de almacenamiento $L = [(Z_1 - Z_2)/Z_1]$, es inferior o igual a 0,25, en particular inferior o igual a 0,2, preferentemente inferior o igual a 0,1, siendo Z_1 el número de partículas después del moldeo y Z_2 el número de partículas 20 semanas después del moldeo.
- 5 El número de partículas inmediatamente después del moldeo y después de 20 semanas se determina como una medida de la estabilidad de almacenamiento L.
- 10 La estabilidad de almacenamiento según la presente invención se define como $L = [(Z_1 - Z_2)/Z_1]$, en donde Z_1 es el número de partículas después del moldeo y Z_2 es el número de partículas 20 semanas después del moldeo.
- 15 Para determinar el número de partículas Z_1 , se pesa y se cuenta una masa definida de partículas (por ejemplo, 100 g) después del moldeo. Para determinar el número de partículas Z_2 , se pesa y se cuenta una masa igual de partículas (por ejemplo, 100 g) 20 semanas después del moldeo. El número de partículas puede determinarse, por ejemplo, microscópicamente.
- 20 Normalmente, las partículas se mantienen a temperaturas de 0 a 30 °C, en particular de 20 a 25 °C, en particular 20 °C, durante las 20 semanas desde el moldeo hasta la determinación de las partículas.
- 25 En una forma de realización preferente de la invención, la estabilidad de almacenamiento L es inferior o igual a 0,2; en particular inferior o igual a 0,1, en particular inferior o igual a 0,05; preferentemente inferior o igual a 0,01; en particular inferior o igual a 0,001.
- 30 Un aumento del número de partículas, por ejemplo como resultado de una medida de estabilización llevada a cabo, también está cubierto por la presente invención.
- En otra forma de realización de la invención, la estabilidad de almacenamiento está comprendida entre -0,25 y 0,25; en particular, entre - 0,2 y 0,2, preferentemente entre - 0,1 y 0,1, en particular entre - 0,05 y 0,05, preferentemente entre - 0,001 y 0,001.
- 35 Preferentemente, el número de partículas 20 semanas después del moldeo es idéntico al número de partículas después del moldeo, en cuyo caso la estabilidad de almacenamiento $L = 0$.
- En una forma de realización de la invención, la estabilidad de almacenamiento L se encuentra en el intervalo de 0 a 0,25; en particular en el intervalo de 0 a 0,2; en particular de 0 a 0,1; en particular de 0 a 0,05; en particular de 0 a 0,01; en particular de 0 a 0,001.
- 40 Todas las partículas de mentol mencionadas anteriormente son adecuadas como partículas de mentol estables en almacenamiento.
- 45 Una forma de realización preferente de la invención se refiere a partículas de mentol estables en almacenamiento que tienen un tamaño en el intervalo de 1 a 35 mm, en particular de 4 a 35 mm, en particular de 5 a 30 mm, preferentemente de 10 a 25 mm, preferentemente de 12 a 24 mm, en particular de 15 a 20 mm.
- 50 Una forma de realización preferente de la invención se refiere a partículas de mentol estables en almacenamiento que tienen un tamaño en el intervalo de 4 a 35 mm, en particular en el intervalo de 5 a 30 mm, preferentemente de 10 a 25 mm, preferentemente en el intervalo de 12 a 24 mm, en particular de 15 a 20 mm, y cuya proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm es inferior al 5 % en peso, preferentemente inferior al 2 % en peso y en particular inferior al 1 % en peso, muy preferentemente inferior al 0,5 % en peso, de manera particularmente preferente inferior al 0,1 % en peso.
- 55 Se prefieren especialmente las partículas de mentol estables en almacenamiento en las que está presente más del 80 % en peso, en particular más del 90 %, en particular más del 99,5 %, preferentemente más del 99,7 % en peso, de mentol, en particular de L-mentol, en relación con el peso total de la partícula.
- Se prefieren especialmente las partículas de mentol estables en almacenamiento en las que el mentol está presente como L-mentol.
- 60 Se prefieren especialmente las partículas de mentol estables en almacenamiento que se presentan en forma de escamas, esferas o pastillas, preferentemente en forma de escamas.
- 65 Se prefieren además las partículas de mentol estables al almacenamiento que están presentes en forma de escamas con un espesor de 0,2 a 15 mm, preferentemente de 4 a 10 mm, en particular de 6 a 8 mm.
- Se prefieren particularmente las partículas de mentol estables en almacenamiento en forma de escamas obtenidas

poniendo en contacto una masa fundida de mentol con dos superficies enfriadas separadas entre sí mientras se solidifica la masa fundida de mentol para dar mentol, en las que el contacto entre la masa fundida de mentol en solidificación y las superficies enfriadas se mantiene al menos hasta que se completa la solidificación.

5 Debido a su estabilidad de almacenamiento, las partículas de mentol estables en almacenamiento obtenidas de este modo son especialmente adecuadas para la fabricación o el uso en bienes de consumo.

10 Otro objeto de la invención se refiere por lo tanto al uso de partículas de mentol estables en almacenamiento, que se pueden obtener según la invención, para la fabricación de o en bienes de utilidad o de consumo tales como preparados farmacéuticos o cosméticos, productos alimenticios, artículos de higiene o de limpieza, productos de confitería o de tabaco.

Ejemplos

15 **Sistema de clasificación para evaluar el apelmazamiento:**

0 = completamente fluido, sin apelmazamiento

1 = leve apelmazamiento que puede eliminarse fácilmente con la mano

2 = fuerte apelmazamiento difícil o imposible de separar

20

I. Ejemplos según la invención

Ejemplos 1A-3, 1B-1 y 10-2

25

Las escamas de mentol producidos según los ejemplos A-3, B-1 y D-2 se usaron como partículas de mentol. Inmediatamente después del moldeo, se introdujeron 20 kg de las partículas de mentol en bolsas fabricadas con película de polietileno de 0,12 mm de grosor, de 660 mm [= L(A)] por 690 mm [= A(A)], se cerraron herméticamente las bolsas y se envasaron en cajas. Las cajas eran de cartón ondulado de doble pared con las dimensiones interiores: Longitud 385 mm [= L(K)], anchura 320 mm [= B(K)], altura 450 mm [= H(K)] y un espesor de cartón ondulado de 6 mm. La resistencia al aplastamiento por apilamiento (DIN 55440) F de la caja es de 4500 N, el peso es de 0,8 kg, la anchura del borde de fábrica es de 40 mm. Se trata de una caja plegable conforme a la norma FEFCO 0201. Las cajas se cerraron con cinta adhesiva y se almacenaron en la superficie formada por L(K) y H(K) a 20 °C durante 7 días. A continuación, las cajas se dejaron caer al suelo (suelo de hormigón) desde una altura de 1,5 metros. Se elevaron las cajas hasta una altura de 1,5 metros con el brazo de transporte de un robot de caída y luego se dejaron caer libremente sobre el suelo de hormigón. El área de impacto de la caja es el área de la caja formada por L(K) y H(K).

30

35

Las cajas así tratadas se abrieron inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica y 18 semanas (almacenamiento a 20 °C) después de la aplicación de la energía mecánica y el grado de apelmazamiento se evaluó usando la escala de clasificación (véase más arriba): Para los 3 ejemplos 1A-3, 1B-1 y 1D-2, el grado de apelmazamiento de las partículas de mentol se evaluó como "0" tanto inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica como al cabo de 18 semanas.

40

Ejemplos 2A-3, 2B-1 y 2D-2

45

Se repitieron los ejemplos 1A-3, 1B-1 y 1D-2, pero el almacenamiento se llevó a cabo durante 14 días antes de aplicar la energía mecánica.

50

Las cajas así tratadas se abrieron inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica y 17 y 18 semanas (almacenamiento a 20 °C) después de la aplicación de la energía mecánica y el grado de apelmazamiento se evaluó usando la escala de clasificación (véase más arriba): Para los 3 ejemplos 2A-3, 2B-1 y 2D-2, el grado de apelmazamiento de las partículas de mentol se evaluó como "0" tanto inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica como después de 17 y 18 semanas.

55

Ejemplos 3A-3, 3B-1 y 3D-2

Se repitieron los ejemplos 1A-3, 1B-1 y 1D-2, pero el almacenamiento se llevó a cabo durante 21 días antes de aplicar la energía mecánica.

60

Las cajas así tratadas se abrieron inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica y 16, 17 y 18 semanas (almacenamiento a 20 °C) después de la aplicación de la energía mecánica y el grado de apelmazamiento se evaluó usando la escala de clasificación (véase más arriba): Para los 3 ejemplos 3A-3, 3B-1 y 3D-2, el grado de apelmazamiento de las partículas de mentol se evaluó como "0" tanto directamente después de la aplicación de la energía mecánica como después de 16, 17 y 18 semanas.

65

Ejemplos 4A-3, 4B-1 y 4D-2

Se repitieron los ejemplos 2A-3, 2B-1 y 2D-2, pero las cajas se dejaron caer desde una altura de 1,0 metro.

5 Las cajas así tratadas se abrieron inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica y 18 semanas (almacenamiento a 20 °C) después de la aplicación de la energía mecánica y el grado de apelmazamiento se evaluó usando la escala de clasificación (véase más arriba): Para los 3 ejemplos 4A-3, 4B-1 y 4D-2, el grado de apelmazamiento de las partículas de mentol se evaluó como "0" tanto inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica como al cabo de 18 semanas.

10 **Ejemplos 5A-3, 5B-1 y 5D-2**

Se repitieron los ejemplos 2A-3, 2B-1 y 2D-2, pero las cajas se dejaron caer desde una altura de 2,0 metros.

15 Las cajas así tratadas se abrieron inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica y 18 semanas (almacenamiento a 20 °C) después de la aplicación de la energía mecánica y el grado de apelmazamiento se evaluó usando la escala de clasificación (véase más arriba): Para los 3 ejemplos 5A-3, 5B-1 y 5D-2, el grado de apelmazamiento de las partículas de mentol se evaluó como "0" tanto inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica como al cabo de 18 semanas.

20 **Ejemplos 6A-3, 6B-1 y 6D-2**

Se repitieron los ejemplos 2A-3, 2B-1 y 2D-2, pero en cada caso se llenaron bolsas con 10 kg de partículas de mentol inmediatamente después del moldeo.

25 Las cajas así tratadas se abrieron inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica y 18 semanas (almacenamiento a 20 °C) después de la aplicación de la energía mecánica y el grado de apelmazamiento se evaluó usando la escala de clasificación (véase más arriba): Para los 3 ejemplos 6A-3, 6B-1 y 6D-2, el grado de apelmazamiento de las partículas de mentol se evaluó como "0" tanto inmediatamente después de la aplicación de la energía mecánica como al cabo de 18 semanas.

II. Ejemplos comparativos

Ejemplos V1A-3, V1B-1 y V1D-2 - partículas de mentol sin aporte de energía

35 Las escamas de mentol producidos según los ejemplos A-3, B-1 y D-2 se usaron como partículas de mentol. Inmediatamente después del moldeo, se introdujeron 20 kg de las partículas de mentol en bolsas fabricadas con película de polietileno de 0,12 mm de grosor, de 660 mm [= L(A)] por 690 mm [= A(A)], se cerraron herméticamente las bolsas y se envasaron en cajas. Las cajas eran de cartón ondulado de doble pared con las dimensiones interiores: Longitud 385 mm [= L(K)], anchura 320 mm [= B(K)], altura 450 mm [= H(K)] y un grosor de cartón ondulado de 6 mm. La resistencia al aplastamiento por apilamiento (DIN 55440) F de la caja es de 4500 N, el peso es de 0,8 kg, la anchura del borde de fábrica es de 40 mm. Se trata de una caja plegable conforme a la norma FEFCO 0201. Se cerraron las cajas con cinta adhesiva y se almacenaron a 20 °C en la superficie formada por L(K) y H(K).

45 Las cajas se abrieron 18 o 19 semanas después del llenado y el grado de apelmazamiento se evaluó usando la escala de clasificación (véase más arriba): para los 3 ejemplos comparativos V1A-3, V1B-1 y V1D-2, el grado de apelmazamiento de las partículas de mentol se evaluó como "2" tanto después de 18 como de 19 semanas.

Ejemplos V2A-3, V2B-1 y V2D-2 - partículas de mentol con aporte de energía directamente después del moldeo

50 Las escamas de mentol producidos según los ejemplos A-3, B-1 y D-2 se usaron como partículas de mentol. Inmediatamente después del moldeo, se introdujeron 20 kg de las partículas de mentol en bolsas fabricadas con película de polietileno de 0,12 mm de grosor, de 660 mm [= L(A)] por 690 mm [= A(A)], se cerraron herméticamente las bolsas y se envasaron en cajas. Las cajas eran de cartón ondulado de doble pared con las dimensiones interiores: Longitud 385 mm [= L(K)], anchura 320 mm [= B(K)], altura 450 mm [= H(K)] y un grosor de cartón ondulado de 6 mm. La resistencia al aplastamiento por apilamiento (DIN 55440) F de la caja es de 4500 N, el peso es de 0,8 kg, la anchura del borde de fábrica es de 40 mm. Se trata de una caja plegable conforme a la norma FEFCO 0201. Se cerraron las cajas con cinta adhesiva y se almacenaron en la superficie formada por L(K) y H(K) a 20 °C durante 2 horas. A continuación, se dejaron caer las cajas al suelo (suelo de hormigón) desde una altura de 1,5 metros. Se elevaron las cajas hasta una altura de 1,5 metros con el brazo de transporte de un robot de caída y luego se dejaron caer libremente sobre el suelo de hormigón. El área de impacto de la caja es el área de la caja formada por L(K) y H(K).

65 Las cajas tratadas de esta manera se abrieron directamente después de la aplicación de la energía mecánica y 18 o 19 semanas (almacenamiento a 20 °C) después de la aplicación de la energía mecánica y se evaluó el grado de apelmazamiento usando la escala de clasificación (véase más arriba): para los 3 ejemplos comparativos V2A-3, V2B-1 y

V2D-2, el grado de apelmazamiento se evaluó como "0" directamente después de la aplicación de la energía mecánica, y el grado de apelmazamiento de las partículas de mentol se evaluó como "2" después de 18 y 19 semanas.

5 Esto significa que el aporte de energía mecánica según la invención conduce a una disminución del apelmazamiento, pero esto sólo continúa si el almacenamiento según la invención ha tenido lugar antes del aporte de energía mecánica.

III. Ejemplos de partículas de mentol que se pueden usar en el procedimiento según la invención

Ejemplo A-1

10

Se introdujo una masa fundida de L-mentol templada a 50 °C en un enfriador rascador templado a 10 °C. Se produjeron los cristales de siembra de mentol usando el enfriador rascador; el contenido de cristales de siembra se determinó midiendo la densidad y se fijó en un 20 % en peso. Se descargó la suspensión resultante de mentol fundido y cristales de siembra de mentol al 20 % en peso y se aplicó a través de un tubo de temperatura controlada a una doble cinta de enfriamiento templada a 15 °C por ambos lados; la distancia entre las cintas se fijó en 4 mm. Tras un tiempo de funcionamiento de 240 s, se obtuvo en el extremo de la cinta una película cristalizada de L-mentol de 4 mm de espesor, que se trituró en escamas con una longitud de borde de 5 a 25 mm usando una trituradora. Se obtuvieron escamas brillantes con un grosor medio de 4 mm en ambas caras. Las escamas así obtenidas tenían una longitud de borde comprendida entre 5 y 25 mm; la mayoría de las escamas tenían una longitud de borde comprendida entre 10 y 16 mm.

15

20

Ejemplo A-2

Se introdujo una masa fundida de L-mentol templada a 50 °C en un enfriador rascador templado a 10 °C. Los cristales de siembra de mentol se produjeron usando el enfriador rascador; el contenido de cristales de siembra se determinó midiendo la densidad y se fijó en un 20 % en peso. Se descargó la suspensión resultante de mentol fundido y cristales de siembra de mentol al 20 % en peso y se aplicó a través de un tubo de temperatura controlada a una doble cinta de enfriamiento templada a 15 °C por ambos lados; la distancia entre las cintas se fijó en 6 mm. Tras un tiempo de funcionamiento de 240 s, se obtuvo en el extremo de la cinta una película cristalizada de L-mentol de 6 mm de espesor, que se trituró en escamas con una longitud de borde de 5 a 25 mm usando una trituradora. Se obtuvieron escamas brillantes con un grosor medio de 6 mm en ambas caras. Las escamas así obtenidas tenían una longitud de borde comprendida entre 5 y 25 mm; la mayoría de las escamas tenían una longitud de borde comprendida entre 10 y 16 mm.

25

30

Ejemplo A-3

Se introdujo una masa fundida de L-mentol templada a 50 °C en un enfriador rascador templado a 10 °C. Los cristales de siembra de mentol se produjeron usando el enfriador rascador; el contenido de cristales de siembra se determinó midiendo la densidad y se fijó en un 20 % en peso. Se descargó la suspensión resultante de mentol fundido y cristales de siembra de mentol al 20 % en peso y se aplicó a través de un tubo de temperatura controlada a una doble cinta de enfriamiento templada a 15 °C por ambos lados; la distancia entre las cintas se fijó en 8 mm. Tras un tiempo de funcionamiento de 240 s, se obtuvo en el extremo de la cinta una película cristalizada de L-mentol de 8 mm de espesor, que se trituró en escamas con una longitud de borde de 5 a 25 mm usando una trituradora. Se obtuvieron escamas brillantes con un grosor medio de 8 mm en ambas caras. Las escamas así obtenidas tenían una longitud de borde comprendida entre 5 y 25 mm; la mayoría de las escamas tenían una longitud de borde comprendida entre 10 y 16 mm.

35

40

Ejemplo B-1

Se introdujo una masa fundida de L-mentol templada a 50 °C en un enfriador rascador templado a 20 °C. Los cristales de siembra de mentol se produjeron usando el enfriador rascador. Se determinó el contenido de cristales de siembra midiendo la densidad y se ajustó al 10 % en peso. Se descargó la suspensión resultante de mentol fundido y cristales de siembra de mentol al 10 % en peso y se aplicó a través de un tubo de temperatura controlada a una cinta de enfriamiento doble templada a 15 °C por ambos lados, con una separación entre cintas de 6 mm. Tras un tiempo de funcionamiento de 240 a 300 s, se obtuvo una película cristalizada de L-mentol de 6 mm de espesor en el extremo de la tira. Las escamas de mentol del tamaño deseado se obtuvieron por trituración previa con una trituradora de pernos y posterior trituración con una trituradora de tamiz (Rotor Fine Granulator tipo 250 D, fabricante Alexanderwerk, con un inserto de tamiz de 12 x 24 mm). Tras la posterior separación de los finos mediante un tamiz de 4 mm, se obtuvieron escamas de mentol con la siguiente distribución de tamaños:

50

55

	Espesor en mm	Longitud en mm	Anchura en mm
Valor medio	5,3	15,3	11,5
MAX	10,5	22,4	19,0
MIN	2,3	7,6	5,7

La proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm fue de <0,1 % en peso.

Ejemplo B-2

5 Se introdujo una masa fundida de L-mentol templada a 50 °C en un enfriador rascador templado a 20 °C. Los cristales de siembra de mentol se produjeron usando el enfriador rascador. Se determinó el contenido de cristales de siembra midiendo la densidad y se ajustó al 10 % en peso. Se descargó la suspensión resultante de mentol fundido y cristales de siembra de mentol al 10 % en peso y se aplicó a través de un tubo de temperatura controlada a una cinta de enfriamiento doble templada a 15 °C por ambos lados, con una separación entre cintas de 8 mm. Tras un tiempo de funcionamiento de 240 a 300 s, se obtuvo una película cristalizada de L-mentol de 8 mm de espesor en el extremo de la tira. Se obtuvieron escamas de mentol con la siguiente distribución de tamaños mediante trituración previa con una trituradora de pivote y trituración posterior con una trituradora de tamiz (Rotor Fine Granulator Tipo 250 D, fabricante Alexanderwerk, con un inserto de tamiz de 12 x 24 mm).

	Espesor en mm	Longitud en mm	Anchura en mm
Valor medio	7,2	15,2	10,5
MAX	14,2	21,4	18,5
MIN	0,3	0,54	0,2

La proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm fue del 12 % en peso.

Ejemplo B-3

15 Se introdujo una masa fundida de L-mentol templada a 50 °C en un enfriador rascador templado a 20 °C. Los cristales de siembra de mentol se produjeron usando el enfriador rascador. Se determinó el contenido de cristales de siembra midiendo la densidad y se ajustó al 10 % en peso. Se descargó la suspensión resultante de mentol fundido y cristales de siembra de mentol al 10 % en peso y se aplicó a través de un tubo de temperatura controlada a una doble cinta de enfriamiento templada a 15 °C por ambos lados; la distancia entre las cintas era de 9 mm. Tras un tiempo de funcionamiento de 240 a 300 s, se obtuvo una película cristalizada de L-mentol de 9 mm de espesor en el extremo de la tira. Las escamas de mentol del tamaño deseado se obtuvieron por trituración previa con una trituradora de pernos y posterior trituración con una trituradora de tamiz (Rotor Fine Granulator tipo 250 D, fabricante Alexanderwerk, con un inserto de tamiz de 12 x 24 mm). Tras la posterior separación de los finos mediante un tamiz de 4 mm, se obtuvieron escamas de mentol con la siguiente distribución de tamaños:

	Espesor en mm	Longitud en mm	Anchura en mm
Valor medio	8,9	15,5	12,0
MAX	17,2	21,0	19,3
MIN	4,2	7,4	5,7

La proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm fue de <0,1 % en peso.

Ejemplo C-1

30 Se introdujo una masa fundida de L-mentol templada a 50 °C en una extrusora enfriada a 15 °C (con doble tornillo co-rotatorio y bomba integrada para transportar la masa fundida de L-mentol, temperatura de salida de 42 °C), se produjeron cristales de siembra de mentol por medio de la extrusora. Se determinó el contenido de cristales de siembra midiendo la densidad y se ajustó al 30 % en peso. Se descargó la suspensión resultante de mentol fundido y cristales de siembra de mentol al 30 % en peso y se aplicó a través de un tubo de temperatura controlada a una cinta de enfriamiento doble templada a 15 °C por ambos lados, con una separación entre cintas de 6 mm. Tras 160 s de funcionamiento, se obtuvo una película cristalizada de L- Mentol de 6 mm de espesor en el extremo de la cinta. Las escamas de mentol del tamaño deseado se obtuvieron por trituración previa con una trituradora de pernos y posterior trituración con una trituradora de tamiz (Rotor Fine Granulator tipo 250 D, fabricante Alexanderwerk, con un inserto de tamiz de 12 x 24 mm). Tras la posterior separación de los finos mediante un tamiz de 4 mm, se obtuvieron escamas de mentol con la siguiente distribución de tamaños:

	Espesor en mm	Longitud en mm	Anchura en mm
Valor medio	5,6	15,4	11,2
MAX	10,7	22,7	19,0
MIN	2,1	7,3	5,8

La proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm fue de <0,1 % en peso.

Ejemplo C-2

40 Se introdujo una masa fundida de L-mentol templada a 50 °C en una extrusora enfriada a 15 °C (con doble tornillo co-rotatorio y bomba integrada para transportar la masa fundida de L-mentol, temperatura de salida de 42 °C), se produjeron

5 cristales de siembra de mentol por medio de la extrusora. Se determinó el contenido de cristales de siembra midiendo la densidad y se ajustó al 30 % en peso. Se descargó la suspensión resultante de mentol fundido y cristales de siembra de mentol al 30 % en peso y se aplicó a través de un tubo de temperatura controlada a una cinta de enfriamiento doble templada a 15 °C por ambos lados, con una separación entre cintas de 8 mm. Tras 240 s de funcionamiento, se obtuvo una película cristalizada de L- Mentol de 8 mm de espesor en el extremo de la tira. Las escamas de mentol del tamaño deseado se obtuvieron por trituración previa con una trituradora de pernos y posterior trituración con una trituradora de tamiz (Rotor Fine Granulator tipo 250 D, fabricante Alexanderwerk, con un inserto de tamiz de 12 x 24 mm). Tras la posterior separación de los finos mediante un tamiz de 4 mm, se obtuvieron escamas de mentol con la siguiente distribución de tamaños:

	Espesor en mm	Longitud en mm	Anchura en mm
Valor medio	7,6	15,2	10,3
MAX	14,3	20,4	19,5
MIN	3,7	7,5	5,2

La proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm fue de <0,1 % en peso.

10

Ejemplo D-1

15 Se introdujo una masa fundida de L-mentol templada a 50 °C en una extrusora enfriada a 20 °C (con doble tornillo co-rotatorio y bomba integrada para transportar la masa fundida de L-mentol, temperatura de salida de 42 °C), se produjeron cristales de siembra de mentol mediante la extrusora. Se determinó el contenido de cristales de siembra midiendo la densidad y se ajustó al 20 % en peso. Se descargó la suspensión resultante de mentol fundido y cristales de siembra de mentol al 20 % en peso y se aplicó a través de un tubo de temperatura controlada a una cinta de enfriamiento doble templada a 15 °C por ambos lados, con una separación entre cintas de 7 mm. Tras 240 s de funcionamiento, se obtuvo una película cristalizada de L- Mentol de 7 mm de espesor en el extremo de la tira. Las escamas de mentol del tamaño deseado se obtuvieron por trituración previa con una trituradora de pernos y posterior trituración con una trituradora de tamiz (Rotor Fine Granulator tipo 250 D, fabricante Alexanderwerk, con un inserto de tamiz de 12 x 24 mm). Tras la posterior separación de los finos mediante un tamiz de 4 mm, se obtuvieron escamas de mentol con la siguiente distribución de tamaños:

	Espesor en mm	Longitud en mm	Anchura en mm
Valor medio	6,8	15,5	11,3
MAX	17,5	23,0	19,7
MIN	4,1	6,8	5,2

La proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm fue de <0,1 % en peso.

25

Ejemplo D-2

30 Se introdujo una masa fundida de L-mentol templada a 50 °C en una extrusora enfriada a 20 °C (con doble tornillo co-rotatorio y bomba integrada para transportar la masa fundida de L-mentol, temperatura de salida de 42 °C), se produjeron cristales de siembra de mentol mediante la extrusora. Se determinó el contenido de cristales de siembra midiendo la densidad y se ajustó al 20 % en peso. Se descargó la suspensión resultante de mentol fundido y cristales de siembra de mentol al 20 % en peso y se aplicó a través de un tubo de temperatura controlada a una doble cinta de enfriamiento templada a 15 °C por ambos lados, la distancia entre las cintas era de 9 mm. Tras 240 s de funcionamiento, se obtuvo una película cristalizada de L- Mentol de 9 mm de espesor en el extremo de la tira. Se obtuvieron escamas de mentol con la siguiente distribución de tamaños mediante trituración previa con una trituradora de pivote y trituración posterior con una trituradora de tamiz (Rotor Fine Granulator Tipo 250 D, fabricante Alexanderwerk, con un inserto de tamiz de 12 x 24 mm).

	Espesor en mm	Longitud en mm	Anchura en mm
Valor medio	8,8	15,2	11,0
MAX	17,5	21,3	19,7
MIN	0,3	0,5	0,2

La proporción de partículas de mentol con un tamaño inferior a 4 mm fue del 13 % en peso.

40

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la fabricación de partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento, **caracterizado porque** las partículas de mentol se almacenan a una temperatura de 0 a 30 °C durante al menos 7 días después de su conformación y, a continuación, se suministra a las partículas de mentol al menos tanta energía mecánica como la que obtienen al
- llenar 20 kg de estas partículas de mentol
 - en una bolsa (B) hecha de una película de polietileno de 0,12 mm de espesor con una longitud L(B) de 660 mm y una anchura B(B) de 690 mm, sellar la bolsa,
 - 10 - envasar esta bolsa en una caja cuboide (K) de cartón ondulado de doble pared con unas dimensiones interiores L(K) de 385 mm de longitud, B(K) de 320 mm de anchura y H(K) de 450 mm de altura y un grosor de cartón ondulado de 6 mm, y
 - deja caer esta caja una vez desde una altura de 1,0 m, con el lado formado por L(K) y H(K) de manera plano-paralela, sobre una superficie inelástica.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el número de partículas al final del procedimiento sigue siendo al menos el 50 % del número de partículas usadas al principio del procedimiento.
- 20 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** al menos el 50 % en peso de las partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento tienen la misma forma que las partículas de mentol usadas.
- 25 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** al menos el 50 % en peso de las partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento tienen el mismo tamaño que las partículas de mentol usadas.
- 30 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el mentol está presente en las partículas de mentol en forma de L-mentol.
- 35 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** más del 80 % en peso, en particular más del 90 %, en particular más del 99,5 %, preferentemente más del 99,7 % en peso, de mentol, en particular L-mentol, está presente en las partículas de mentol, con respecto al peso total de la partícula.
- 40 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** se usan partículas de mentol de un tamaño comprendido entre 1 y 35 mm, en particular entre 4 y 35 mm, en particular entre 5 y 30 mm, preferentemente entre 10 y 25 mm, preferentemente entre 12 y 24 mm, en particular entre 15 y 20 mm.
- 45 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** se usan partículas de mentol en forma de escamas, esferas o pastillas, preferentemente en forma de escamas.
- 50 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** se usan partículas de mentol en forma de escamas con un espesor de 0,2 a 15 mm, preferentemente de 4 a 10 mm, en particular de 6 a 8 mm.
- 55 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** como partículas de mentol se usa mentol en forma de escamas que se han obtenido poniendo en contacto una masa fundida de mentol con dos superficies enfriadas separadas entre sí mientras se solidifica la masa fundida de mentol para formar mentol, manteniéndose el contacto entre la masa fundida de mentol en solidificación y las superficies enfriadas al menos hasta que se complete la solidificación.
- 60 11. Procedimiento según la reivindicación 10, **caracterizado porque** se añaden del 0,1 al 50 % en peso, en particular del 1 al 40 %, en particular del 5 al 35 %, preferentemente del 10 al 30 % en peso de cristales de siembra de mentol a la masa fundida de mentol que se va a usar antes de ponerla en contacto con las superficies enfriadas.
- 65 12. Procedimiento según la reivindicación 11, **caracterizado porque** los cristales de siembra se forman tratando la masa fundida de mentol que se va a usar en un enfriador rascador o en una extrusora.
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 10 a 12, **caracterizado porque** las dos superficies enfriadas tienen una alineación plano-paralela con una distancia entre sí de 0,2 a 15 mm, preferentemente de 2 a 10 mm, en particular de 3 a 9 mm, en particular de 5 a 8 mm, en particular de 6 a 8 mm.
14. Partículas de mentol estabilizadas contra el apelmazamiento, obtenibles mediante un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.
15. Partículas de mentol estables en almacenamiento, que se obtienen añadiendo 20 kg de partículas de mentol después del moldeo
- a) en una bolsa (B) fabricada a partir de una película de polietileno de 0,12 mm de grosor con unas dimensiones L(B) de 660 mm de longitud y B(B) de 690 mm de anchura, cerrando la bolsa; empaquetando esta bolsa en una caja cuboide (K) fabricada con cartón ondulado de doble pared con unas dimensiones internas L(K) de 385 mm de longitud, B(K) de 320 mm de anchura y H(K) de 450 mm de altura y un grosor de cartón ondulado de 6 mm;

- a) se almacena esta caja durante 10 días a 20 °C en el lado formado por L(K) y H(K), y
b) se deja caer una vez desde una altura de 1,5 m con el lado formado por L(K) y H(K) de manera plano-paralela sobre una superficie inelástica,
5 en donde la estabilidad de almacenamiento $L = [Z_1 \cdot Z_2 / Z_1]$, es inferior o igual a 0,25, en particular inferior o igual a 0,2, preferentemente inferior o igual a 0,1, siendo Z_1 el número de partículas después del moldeo y Z_2 el número de partículas 20 semanas después del moldeo.
16. Partículas mentoladas según la reivindicación 15, **caracterizadas porque** presentan al menos una de las siguientes a) a e):
10 a) el mentol está presente como L-mentol;
b) las partículas de mentol contienen más del 80 % en peso, en particular más del 90 %, en particular más del 99,5 %, preferentemente más del 99,7 % en peso, de mentol, en particular de L-mentol, con respecto al peso total de la partícula;
c) las partículas de mentol tienen un tamaño comprendido entre 1 y 35 mm, en particular entre 4 y 35 mm, en particular entre 5 y 30 mm, preferentemente entre 10 y 25 mm, preferentemente entre 12 y 24 mm, en particular entre 15 y 20 mm;
15 d) las partículas de mentol se presentan en forma de escamas, esferas o pastillas, preferentemente en forma de escamas;
e) las partículas de mentol se presentan en forma de escamas con un espesor de 0,2 a 15 mm, preferentemente de 4 a 10 mm, en particular de 6 a 8 mm.
- 20 17. Uso de partículas de mentol estables en almacenamiento según una de las reivindicaciones 15 o 16 para la fabricación de o en bienes de consumo.