

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 402 170**

51 Int. Cl.:

**C07C 227/42** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.04.2008 E 08736313 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2013 EP 2155660**

54 Título: **Procedimiento para la cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo**

30 Prioridad:

**02.05.2007 EP 07107342**

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

**29.04.2013**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
67056 Ludwigshafen , DE**

72 Inventor/es:

**CHAMP, SAMANTHA;  
HETTERICH, MANFRED y  
GOTTWALD, GÜNTHER**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 402 170 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 cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo

La presente invención se refiere a un procedimiento para la cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo, a un procedimiento para la obtención de partículas sueltas o apilables de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino, y a determinadas partículas sueltas o apilables de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino.

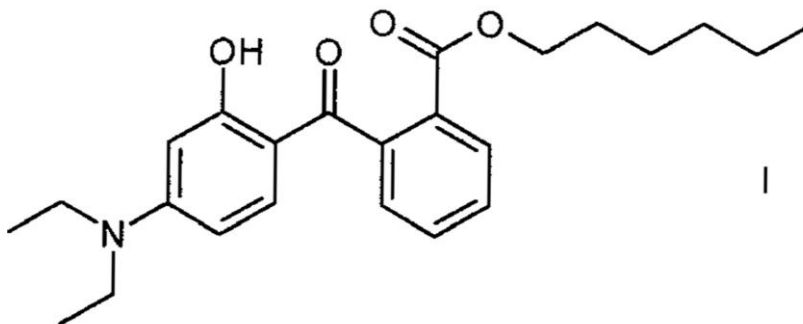
Los efectos de la luz solar, en especial de la radiación UV-B y UV-A sobre la piel humana y las reacciones dérmicas resultantes de la misma, así como las posibilidades de protección de la piel, son ya conocidos en una gran parte, y se investigan ulteriormente en detalle (Chemie in unserer Zeit, 2004, 38, 98-112).

Mientras que la radiación UV-B (290-320 nm) es responsable en especial de la producción de la quemadura solar, la radiación UV-A conduce al denominado envejecimiento prematuro de la piel debido a deterioro de las fibras de colágeno y elastina. Además, la radiación UV-A puede deteriorar el ADN, lo que puede conducir a cáncer de piel en el peor de los casos.

Por lo tanto, la industria ofrece tanto los denominados filtros UV-B, como también los denominados filtros UV-A, para evitar los efectos nocivos de la radiación solar sobre la piel humana.

La EP-A-1 046 391 describe el empleo de hidroxibenzofenonas aminosustituidas como filtro UV-A fotoestable en preparados cosméticos.

En la WO 03/097578 se describe un procedimiento para la obtención de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo de la fórmula I



purificándose en primer lugar mediante cromatografía el producto crudo que se forma en la síntesis a partir de la disolución en forma cristalina, teñido de rosa, y liberándose a continuación del disolvente mediante destilación. Finalmente, el producto crudo más puro se envasa como fusión. El éster producido se puede hacer cristalizar adicionalmente a partir de ciclohexano a 10°C.

2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo se distribuye comercialmente por BASF Aktiengesellschaft bajo la denominación de producto Uvinul®A Plus como filtro UV-A. Ya que el producto se envasa como fusión, y ya después de aproximadamente seis semanas de almacenaje a temperatura ambiente se presenta el primer crecimiento cristalino, el usuario debe calentar el recipiente total a una temperatura por encima del punto de fusión de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo, para poder eliminar a continuación el producto líquido del recipiente.

En la WO 2005/025529 se describe un preparado pulverulento de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo (Uvinul®A Plus), estando alojado el filtro UV-A en almidón modificado como coloide de protección. El polvo anhidro se puede redispersar de nuevo en agua, presentándose el filtro UV-A en forma de dispersión coloidal. El coloide de protección se debe tolerar en las aplicaciones subsiguientes.

Era tarea de la presente invención poner a disposición un procedimiento sencillo y económico para la cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo, así como un procedimiento eficiente para la obtención de partículas sueltas o apilables de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino. Además se pondrá a disposición una forma de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino, segura y sencilla de manejar por el manipulador.

Este problema se soluciona mediante un procedimiento para la cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo, que comprende los pasos de procedimiento

a) puesta a disposición de una fusión clara de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo a una temperatura por encima de 57°C, y

b) separación por cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo a una temperatura por debajo de 57°C,

5 caracterizado porque la fusión clara del paso de procedimiento a) se agita a una temperatura por debajo de 57°C hasta que se presenta una turbidez, antes de realizar el paso de procedimiento b).

El contenido de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo en la fusión dispuesta en el paso de procedimiento a) asciende preferentemente al menos a un 90 % en peso, de modo especialmente preferente al menos un 95 % en peso, en especial al menos un 98 % en peso.

10 Por consiguiente, es preferente un procedimiento según la invención en el que la fusión de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo en el paso de procedimiento a) presenta una pureza de al menos un 98 % en peso, preferentemente al menos un 98,5 % en peso, en especial al menos un 99 % en peso.

Ya que 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo se funde a aproximadamente 57°C, en principio es suficiente exponer el material de partida a una temperatura apenas por encima de 57°C. Habitualmente se pone a  
15 disposición una fusión clara a una temperatura de 57 a 80°C, preferentemente de 58 a 65°C, en especial de 59 a 62°C.

Ya que la cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo no se establece espontáneamente en el punto de fusión del compuesto, de 57°C, como se ha descrito anteriormente, por debajo del punto de fusión, a modo de ejemplo a temperatura ambiente, se forma una fusión metaestable desde el punto de  
20 vista termodinámico.

En el paso de procedimiento b) del procedimiento según la invención se separa por cristalización 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo a una temperatura por debajo de 57°C, hasta que se presenta una turbidez antes de realizar el paso de procedimiento b). La fusión obtenida en el paso de procedimiento a) se agita hasta turbidez a una temperatura entre 25 y 40°C, de modo especialmente preferente a una temperatura entre 27 y  
25 35°C.

Para la agitación de la fusión por debajo de 57°C, en principio se puede emplear cualquier tipo de agitador, como por ejemplo un agitador magnético, un agitador de ancla, un agitador de hélice, un agitador de hojas oblicuas o un agitador de discos. El tamaño del agitador en proporción con el volumen de fusión no es decisivo en principio. El agitador homogeneiza la fusión total preferentemente durante el tiempo de agitación, en especial si la fusión se  
30 trasvasa en porciones a diferentes recipientes para la cristalización.

Se verificó que el tiempo hasta la aparición de una turbidez en la fusión, que se ocasiona por la formación de gérmenes de cristalización, se puede reducir si se aumenta la velocidad del agitador, es decir, el índice de revoluciones del agitador por unidad de tiempo. En el procedimiento según la invención, la fusión se agita preferentemente con un agitador a una velocidad de 100 a 600 rpm, de modo especialmente preferente a una  
35 velocidad de 200 a 500 rpm.

En el procedimiento según la invención, la fusión se agita preferentemente con un agitador, en especial un agitador de hélice, que presenta un diámetro de 2 a 20 cm, a 200 hasta 500 rpm, en especial 300 a 400 rpm.

En el procedimiento según la invención para la cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo, el paso de procedimiento b) se lleva a cabo preferentemente sin agitación, ya que la fusión que solidifica mediante cristalización ya no se puede agitar sin problema a partir de cierto momento. Por lo tanto, tras la aparición de la turbidez, la fusión aún líquida se puede cargar en un molde deseado, donde tiene lugar el paso de cristalización. En principio, la geometría y la estructura del molde carecen de importancia. No obstante, preferentemente se emplean aquellos moldes en los que la extracción del éster sólido, que cristaliza, no ocasiona dificultades. Se han mostrado ventajosos moldes cónicos. El volumen de los moldes es arbitrario en principio, y  
40 puede variar, a modo de ejemplo, de 0,1 ml a 10 l, o también 5 l a 100 l. El producto extraído del molde se puede triturar adicionalmente a su vez en dispositivos apropiados, como por ejemplo un molino.

En el procedimiento según la invención, en el paso de procedimiento b) se puede emplear como molde también una superficie plana, sobre la cual se aplica la fusión aún líquida de éster como una capa fina, es decir, con un grosor más reducido en comparación con la extensión longitud-anchura, preferentemente entre 0,1 y 5 mm de grosor, en especial entre 0,2 y 2 mm de grosor. Alternativamente, también se puede distribuir la fusión aún líquida en porciones en pequeñas gotas sobre la superficie plana, de modo que se forman las denominadas pastillas o granulados, productos semiesféricos. El diámetro de las semiesferas se sitúa preferentemente entre 0,1 y 5 mm. Tras la cristalización del éster, la capa sólida o las pastillas o granulados sólidos se retiran habitualmente de la superficie y se envasan, desmenuzándose con frecuencia las capas delgadas a un tamaño de escama deseable mediante  
50 triturado. El proceso de obtención de escamas, pastillas y granulados se puede efectuar de manera discontinua

(proceso por cargas) o continua, pudiéndose emplear en un procedimiento continuo, a modo de ejemplo, una banda de acero de circulación continua como molde en el sentido de la presente invención.

Otro objeto de la presente invención es un procedimiento para la obtención de partículas sueltas o apilables de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino con un diámetro medio de partícula de 10 µm a 22 µm, que comprende los pasos

- 5 a) puesta a disposición de una fusión clara de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo a una temperatura por encima de 57°C, y
- b) agitación de la fusión del paso de procedimiento a) a una temperatura por debajo de 57°C hasta que se produce una turbidez,
- 10 c) envasado de la fusión turbia en un molde,
- d) cristalización de la fusión envasada de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo a una temperatura por debajo de 57°C en el molde,
- e) extracción del molde de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalizado, y opcionalmente
- 15 f) triturado de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino del paso de procedimiento e) al tamaño de partícula deseado.

Conforme al procedimiento según la invención, se pueden obtener partículas sueltas o apilables de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino con un diámetro medio de partícula de 10 µm a 22 µm.

20 El tamaño de las partículas se puede ajustar a voluntad mediante la selección del molde en el que se carga la fusión turbia, o mediante un paso de triturado adicional. Conforme al procedimiento según la invención se obtienen partículas de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino con un diámetro medio de partícula de 0,1 a 5 mm.

25 Como ya se ha descrito anteriormente, debido a su procedencia, el 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo puede contener aún cantidades reducidas de impurezas de la síntesis, como productos de partida, productos intermedios, productos secundarios y/o disolventes.

El contenido de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo en la fusión dispuesta en el paso de procedimiento a) asciende preferentemente al menos a un 90 % en peso, de modo especialmente preferente al menos un 95 % en peso, en especial al menos un 98 % en peso.

30 Por consiguiente, es preferente un procedimiento según la invención, en el que la fusión de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo en el paso de procedimiento a) presenta una pureza de al menos un 98 % en peso, preferentemente al menos un 98,5 % en peso, en especial al menos un 99 % en peso.

35 En el paso de procedimiento b) del procedimiento según la invención se agita la fusión del paso de procedimiento a) a una temperatura por debajo de 57°C, hasta que se presenta una turbidez. El paso de procedimiento b) se lleva a cabo preferentemente a una temperatura entre 25 y 40°C, de modo especialmente preferente a una temperatura entre 27 y 35°C.

Respecto al agitador empleable y a las condiciones de agitación en el paso de procedimiento b), así como a formas de ejecución preferentes, se remite a las explicaciones precedentes.

40 La turbidez presente se puede percibir visualmente mediante inspección, o bien también por medio de una o varias células de medida apropiadas, que se encuentran en la fusión. Además se verificó que la aparición de la turbidez va acompañada de un descenso de la velocidad de enfriamiento hasta un ligero aumento de temperatura sin alimentación de energía externa, debido a la liberación de calor de cristalización. En los ensayos se mostró que, al alcanzar tal estado de temperatura de la fusión, ésta era turbia, se podía trasvasar sin problema a un molde, y cristalizar completamente a continuación, a lo sumo después de 2 días.

45 En el paso de procedimiento c'), la fusión turbia se envasa en un molde, careciendo en principio de importancia la geometría y la estructura del molde. No obstante, preferentemente se emplean aquellos moldes en los que la extracción del éster sólido cristalizado no ocasione dificultades. Se han mostrado ventajosos moldes cónicos. El volumen de los moldes es arbitrario en principio, y puede variar, a modo de ejemplo, de 0,1 ml a 10 l, o también 5 l a 100 l. Del mismo modo son ventajosas como molde las superficies planas descritas anteriormente, de las que el éster se puede separar igualmente sin problema tras la cristalización.

50 En el paso de procedimiento d') se deja cristalizar la fusión de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo envasada en el molde o distribuida sobre la superficie plana como molde, a una temperatura por debajo de 57°C. La fusión se puede cristalizar preferentemente a una temperatura de 15 a 35°C.

En el paso de procedimiento e'), el 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalizado se extrae del molde, y opcionalmente el 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino se tritura al tamaño de partícula deseado. Es preferente un procedimiento en el que se tritura el producto solidificado del paso de procedimiento e), preferente a un tamaño medio de partícula de 0,1 a 5 mm. Si en el paso de procedimiento c') se emplea una superficie plana como molde en el sentido de la presente invención, a modo de ejemplo una banda de acero, el producto formado en capas se puede triturar tras separación de la superficie plana mediante triturado, mientras que el producto formado directamente en el tamaño deseado como pastillas o granulados no se suele triturar adicionalmente tras la separación de la superficie plana.

El paso de triturado f) se puede llevar a cabo con diversos medios o en dispositivos apropiados. El paso de triturado se lleva a cabo preferentemente en un molino, ajustándose la selección del molino al grado de triturado deseado.

Otro objeto de la presente invención son partículas sueltas o apilables de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino con un diámetro medio de partícula de 0,1 a 5 mm, una densidad aparente mayor que 0,35 g/ml, preferentemente mayor que 0,4 g/ml, en especial mayor que 0,5 g/ml, y una pureza de al menos un 98 % en peso, preferentemente al menos un 98,5 % en peso, en especial de al menos un 99 % en peso.

La presente invención se refiere también al empleo de las partículas sueltas o apilables, anteriormente descritas, de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino con un diámetro medio de partícula de 0,1 a 5 mm, una densidad aparente mayor que 0,35 g/ml, preferentemente mayor que 0,4 g/ml, en especial mayor que 0,5 g/ml, y una pureza de al menos un 98 % en peso, preferentemente al menos un 98,5 % en peso, en especial de al menos un 99 % en peso, como filtro UV o como capturador de radicales en preparados cosméticos y dermatológicos, o como protección de producto.

La ventaja del procedimiento según la invención consiste en poder obtener el 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino de modo reproducible y rápido partiendo de una fusión metaestable de éster altamente puro. Las partículas sueltas o apilables de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino según la invención constituyen una forma no pulverulenta de éster, que se puede incorporar sin problema en preparados cosméticos.

La invención se explica mediante los siguientes ejemplos, pero sin limitar la misma.

El punto de fusión del 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo empleado se determinó según Ph. Eur. (European Pharmacopoeia 5.0). Se determinó un valor de 57°C como punto de fusión.

Ensayos de cristalización controlada

### 30 **Ejemplo 1 - Ejemplo comparativo**

Se enfrían a temperatura ambiente 5 kg de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo fundido, con una pureza de más de un 99 %, y se deja reposar para alcanzar la cristalización de la substancia. Se observaron los primeros cristales después de 10 días. Después de 2 meses, la masa total de éster había cristalizado.

### **Ejemplo 2 - Ejemplo comparativo**

35 A 5 kg de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo fundido se añadieron a aproximadamente 40°C 100 g de cristales finos de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo (< 100 µm). A continuación se enfrió la fusión a temperatura ambiente. Se observaron los primeros cristales después de 10 días. Después de 2 meses, la masa total de éster había cristalizado.

### **Ejemplo 3 - Ejemplo comparativo**

40 Se enfrían a 5°C 5 kg de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo fundido, con una pureza de más de un 99 %, y se deja reposar a esta temperatura para alcanzar la cristalización de la substancia. Se observaron los primeros cristales después de 10 días. Después de 2 meses a 5°C, la masa total de éster había cristalizado.

### **Ejemplo 4 - Ejemplo comparativo**

45 A 5 kg de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo fundido se añadieron a aproximadamente 40°C 100 g de cristales finos de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo (< 100 µm). A continuación se enfrió la fusión a temperatura ambiente. Se observaron los primeros cristales después de 10 días. Después de 2 meses, la masa total de éster había cristalizado.

### **Ejemplo 5 (según la invención)**

50 Se envasaron 5 kg de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo fundido en un depósito de aluminio de 5 l. Con una vara agitadora magnética (40 mm) se agitó la fusión enfriada a temperatura ambiente

durante 4 horas con 80 rpm. Se observó los primeros cristales después de 4 horas. La cristalización completa se efectuó en el intervalo de 14 días.

#### **Ejemplo 6 (según la invención)**

5 Se envasaron 5 kg de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo fundido en un depósito de aluminio de 5 l. Se agitó la fusión a temperatura ambiente con un agitador de hélice PTFE (60 mm de diámetro), que se accionó con un motor eléctrico, con una velocidad de agitación de 250 rpm. Después de haber agitado la fusión durante 11 horas, la viscosidad de la fusión había ascendido en tal medida que no se pudo continuar la agitación. Los primeros cristales aparecieron después de agitación de cinco horas, y la cristalización completa se efectuó en el intervalo de 24 horas.

#### **Ejemplo 7 (según la invención)**

10 Se cargaron 800 g de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo fundido en un reactor de camisa doble de vidrio de 1 l (HWS). La temperatura de la fusión ascendía a 60°C. La fusión se agitó con un agitador de palas PTFE (75 mm de diámetro) durante 6 horas con una velocidad de agitación de 350 rpm. Se observaron los primeros cristales después de 4 horas, y la temperatura de la fusión ascendía aproximadamente a 33°C en ese momento. Esta temperatura de fusión permaneció constante durante algún tiempo. Después de 6 horas se observó una fusión muy turbia, cuya temperatura ascendía a 33°C. Esta fusión turbia, viscosa, se trasvasó del reactor a un depósito de aluminio. La cristalización completa se efectuó en el intervalo de 24 horas.

#### **Ejemplo 8 (según la invención)**

20 Se cargaron 800 g de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo fundido en un reactor de camisa doble de vidrio de 1 l (HWS), y se agitó la fusión con un agitador de palas PTFE (75 mm de diámetro) con una velocidad de agitación de 250 rpm. Después de dos horas, la fusión presentaba una temperatura constante de 28°C. El punto de turbidez de la fusión se alcanzó después de agitación de doce horas. La cristalización completa del éster se efectuó en el intervalo de 24 horas.

#### **Ejemplo 9 (según la invención)**

25 Se cargaron 1000 g de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo fundido, como fusión caliente a 60°C, en un reactor de camisa doble de vidrio de 1 l (HWS). La fusión se enfrió sin agitación en el intervalo de 2 horas a una temperatura de 32°C. A continuación se almacenó la fusión durante 18 horas sin agitación termostaticada a 35°C. Se desconectó el termostaticado, y se agitó la fusión con un agitador de palas PTFE (60 mm de diámetro) durante 30 minutos con una velocidad de agitación de 350 rpm. Después de agitación de diez minutos, 30 la temperatura de la fusión ascendía a 33°C. Después de agitación de treinta minutos, la temperatura de la fusión ascendía a 33,5°C. La fusión se enturbió y se mostraron los primeros cristales. A continuación se trasvasó la fusión a un molde de aluminio. La cristalización completa del éster se efectuó en el intervalo de 4 horas.

Ensayos de molturado

#### **Ejemplo 10 (según la invención)**

35 Se trituraron 100 g de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino del ejemplo 9 en un molino rallador (rallador Alexander en modelo para productos alimenticios con un rotor de 3 paletas, de la firma Alexanderwerk, Remscheid), con un tamiz de anchura de malla 4,0 x 7,5 mm. Un 71,2 % de material triturado tenía un tamaño de partícula en el intervalo de 0,5 a 5 mm. La fracción fina con un tamaño de partícula menor que 100 µm presentaba una fracción de un 2,5 % en peso. Esta fracción fina se determinó mediante tamizado.

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Procedimiento para la cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo, que comprende los pasos de procedimiento
- 5 a) puesta a disposición de una fusión clara de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo a una temperatura por encima de 57°C, y
- b) separación por cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo a una temperatura por debajo de 57°C,
- caracterizado porque la fusión clara del paso de procedimiento a) se agita a una temperatura por debajo de 57°C hasta que se presenta una turbidez, antes de realizar el paso de procedimiento b).
- 10 2.- Procedimiento para la cristalización de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo según la reivindicación 1, presentando la fusión de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo en el paso de procedimiento a) una pureza de al menos un 98 % en peso.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, agitándose la fusión obtenida en el paso de procedimiento a) a una temperatura entre 25 y 40°C hasta turbidez.
- 15 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, llevándose a cabo el paso de procedimiento b) a una temperatura de 15 a 35°C.
- 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, agitándose la fusión con un agitador que presenta un diámetro de 2 a 20 cm, a 200 hasta 500 rpm.
- 6.- Procedimiento para la obtención de partículas sueltas o apilables de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino con un diámetro medio de partícula de 10 µm a 22 cm, que comprende los pasos
- 20 a) puesta a disposición de una fusión clara de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo a una temperatura por encima de 57°C, y
- b) agitación de la fusión del paso de procedimiento a) a una temperatura por debajo de 57°C hasta que se produce una turbidez,
- c) envasado de la fusión turbia en un molde,
- 25 d) cristalización de la fusión envasada de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo a una temperatura por debajo de 57°C en el molde,
- e) extracción del molde de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo cristalizado, y opcionalmente
- 30 f) triturado de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino del paso de procedimiento e) al tamaño de partícula deseado.
- 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, presentando la fusión de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo en el paso de procedimiento a) una pureza de al menos un 98 % en peso.
- 8.- Procedimiento según la reivindicación 6 o 7, llevándose a cabo el paso de procedimiento b) a una temperatura entre 25 y 40°C.
- 35 9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 6 a 8, llevándose a cabo el paso de procedimiento d) a una temperatura de 15 a 35°C.
- 10.- Partículas sueltas o apilables de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino con un diámetro medio de partícula de 0,1 a 5 mm, una densidad aparente mayor que 0,5 g/ml, y una pureza de al menos un 98 % en peso.
- 40 11.- Empleo de partículas sueltas o apilables de 2-(4-N,N-dietilamino-2-hidroxi-benzoil)-benzoato de N-hexilo cristalino según la reivindicación 10 como filtro UV o como capturador de radicales en preparados cosméticos y dermatológicos, o como protección de producto.