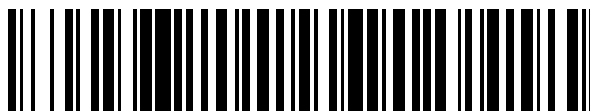


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 529 551**

51 Int. Cl.:

C07C 29/76 (2006.01)

C07C 35/12 (2006.01)

B01J 2/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.06.2008 E 08760702 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.11.2014 EP 2155638**

54 Título: **Copos de mentol y procedimiento para su preparación**

30 Prioridad:

12.06.2007 EP 07110117

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

23.02.2015

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**RAULS, MATTHIAS;
BAYER, ROBERT;
HEYDRICH, GUNNAR;
FRYE, LARS y
WISNIEWSKI, THOMAS**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 529 551 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

Copos de mentol y procedimiento para su preparación

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de L-mentol en forma de copos sólidos, mediante puesta en contacto de una masa fundida de L-mentol con dos superficies enfriadas distanciadas una de otra de acuerdo con la reivindicación 1. Además, la presente invención se refiere al L-mentol que puede obtenerse según el procedimiento mencionado en forma de copos, así como a su uso para la incorporación en artículos de uso y consumo de todo tipo.

10 El mentol es un principio activo que existe en la naturaleza que se usa ampliamente en farmacia, cosmética y la industria alimentaria. En fuentes naturales, por ejemplo la esencia de menta, existe mentol en forma de cuatro pares de enantiómeros diastereoméricos, de los cuales únicamente el componente principal, el (-)-mentol o L-mentol tiene las propiedades de sabor y otras sensoriales deseadas.

15 De L-mentol se sabe desde hace tiempo que puede solidificar en cuatro modificaciones cristalinas distintas, que con la misma composición química presentan distintas propiedades físicas, tal como se describe ya en J. Am. Chem. Soc., vol. 39 (8), 1917, pág. 1515 a 1525. Así se encuentran en particular los puntos de fusión de estas modificaciones distintas entre 33 °C y 43 °C tal como se describe en Archiv der Pharmazie, 307 (7), 1974, pág. 497 a 503. El punto de fusión de la modificación alfa estable se encuentra de acuerdo con esto en de 42 °C a 43 °C.

20 Debido a esta posición de los puntos de fusión puede suministrarse L-mentol al usuario final tanto como masa fundida contenida de manera líquida en recipientes calientes como en forma de cristales u otros cuerpos moldeados solidificados. Generalmente, todos los sólidos que tienen como L-mentol un punto de fusión sólo apenas por encima de la temperatura ambiente, presentan una fuerte tendencia a aglomerarse y a apelmazarse. El procesamiento del material aglomerado de tal manera está unido sin embargo con gasto adicional considerable, indeseado. Si ahora debe adquirirse L-mentol puro, es decir mentol no tratado con coadyuvantes tales como por ejemplo agentes separadores, como sólido, debe garantizarse o bien mediante una cadena de refrigeración cerrada o mediante el tipo de conformación que el producto llega al usuario final en forma granulada.

25 Comercialmente está disponible mentol en forma de cristales grandes, que con una longitud de 0,5 cm a 3 cm presentan un espesor de 1 mm a 3 mm. Tradicionalmente se hacen crecer éstos en cantidades pequeñas a partir de esencia de menta obtenida naturalmente, llevándose a cristalización la esencia en cubetas o tinajas durante muchos días en almacenes frigoríficos. Estos cristales presentan únicamente con baja altura de carga una buena capacidad de flujo, sin embargo se aglomeran apreciablemente con carga elevada y/o temperatura elevada. El gasto técnico para la cristalización, separación y purificación de los cristales y el bajo rendimiento espacio-tiempo de un procedimiento de larga duración de este tipo hacen que sea no atractivo para la aplicación a escala técnica.

30 El documento DE 25 30 481 se refiere a un dispositivo para la cristalización de sustancias, en particular de mentoles ópticamente activos que forman en condiciones de cristalización cristales gruesos en forma de agujas y barras. El procedimiento de cristalización que va a realizarse de manera discontinua se realiza usando un agitador especial que impide una aglomeración de los cristales en la suspensión de cristales. Finalmente se aísla el producto de valor mediante una centrífuga y se seca en una secadora.

35 El documento US 3.023.253 y el documento US 3.064.311 describen L-mentol en copos así como un procedimiento para la preparación de los copos de este tipo mediante aplicación de una masa fundida de L-mentol sobre un rodillo de inmersión enfriado. En caso deseado puede colocarse la masa fundida de mentol entre un par de rodillos enfriados que giran en dirección opuesta. La película de mentol cristalizada sobre el rodillo de inmersión se trata posteriormente, maleabilizando ésta mediante entrada de calor y reforzándola mediante aplicación de mentol adicional. Los dos tratamientos posteriores se consiguen simultáneamente con un rodillo de aplicación. Los copos así obtenidos presentan en primer lugar una buena capacidad de flujo. Sin embargo tras almacenamiento más largo se produce una aglomeración ligera, que hace necesaria una desagregación mecánica mediante agitación del recipiente. Se observa que esta aglomeración se origina mediante una superficie porosa si bien mencionada, sin embargo no caracterizada en más detalle y una fuerte sublimación del producto que acompaña a esto y que el producto así obtenido puede procesarse posteriormente mediante compactación para dar sedimentos.

40 El documento JP 2004121903 describe un dispositivo para la preparación de masas fundidas solidificadas en forma de copos, solidificándose una masa fundida líquida sobre una placa horizontalmente giratoria, y la masa fundida solidificada se retira de la placa giratoria mediante un dispositivo especial y directamente se tritura posteriormente para obtener copos.

45 El principio del aumento posterior de las partículas primarias mediante compactación se describe también en el documento DE 102 24087 que se refiere a mentol compactado en forma de piezas en bruto de mentol así como a un procedimiento para la preparación de las mismas. En este caso no se enfatiza sin embargo sobre la acción del tamaño de partícula únicamente, sino sobre que las partículas primarias deben encontrarse en una modificación cristalina específica. Mediante compactación de cristales que se obtuvieron a partir de una cristalización en disolución o una formación de copos en rodillo frío, pueden obtenerse materiales compactados estables frente a la aglomeración, cuando éstos están compuestos predominantemente de la modificación alfa termodinámicamente

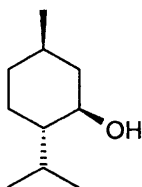
estable, que funde sólo a 42,5 °C.

En vista del estado de la técnica mencionado, el objetivo en el que se basaba la presente invención consistía en facilitar un procedimiento para la preparación de mentol solidificado que presentara las siguientes propiedades ventajosas: el procedimiento debe poder hacerse funcionar en particular a escala técnica con gasto mecánico a ser posible bajo y alto rendimiento a ser posible de manera continua; debe facilitar mentol solidificado en una etapa, obteniéndose el mentol obtenido en forma que puede fluir y que tiende a la aglomeración únicamente en baja medida durante un espacio de tiempo más largo y predominantemente en la modificación alfa. Además, el procedimiento debe poder hacerse funcionar especialmente de manera económica, es decir de manera rentable.

Descripción de la invención así como de las formas de realización preferentes:

el objetivo se consiguió sorprendentemente mediante la facilitación de un procedimiento para la preparación de L-mentol en forma de copos sólidos mediante puesta en contacto de una masa fundida de L-mentol con dos superficies enfriadas distanciadas una de otra con solidificación de la masa fundida de L-mentol para dar L-mentol en forma sólida, en el que se mantiene el contacto entre la masa fundida de L-mentol que solidifica y las superficies enfriadas al menos hasta la finalización de la solidificación y en el que las dos superficies enfriadas presentan una orientación planoparalela con una distancia de 0,2 mm a 3 mm una con respecto a otra e independientemente entre sí presentan respectivamente una temperatura en el intervalo de 0 °C a 35 °C, y separación del L-mentol obtenido en forma sólida de una o de las dos superficies enfriadas en forma de copos sólidos.

Como sustancia de partida para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención son adecuadas masas fundidas de L-mentol de fórmula (I),



(I)

pudiendo ser el mentol fundido de origen natural o sintético y presentando un exceso enantiomérico de habitualmente al menos el 95 %, 96 % o el 97 % de ee a el 100 % de ee, preferentemente del 98 %, 98,5 % o del 99 % al 99,9 % de ee. En particular son adecuadas como sustancias de partida en el contexto del procedimiento de acuerdo con la invención aquellas masas fundidas de L-mentol que presentan un contenido de L-mentol de al menos el 95 %, 96 % o el 97 % en peso o superior, preferentemente al menos del 98 % al 100 % en peso y de manera muy especialmente preferente del 98 %, 98,5 % o del 99 % al 99,9 % en peso (respectivamente con respecto al peso total de la masa fundida), además de impurezas tales como por ejemplo restos de disolventes, diastereómeros del L-mentol de fórmula (I) o productos secundarios del procedimiento de síntesis o de aislamiento.

A este respecto, por el término masa fundida de L-mentol ha de entenderse preferentemente aquel L-mentol que se encuentra en gran parte, es decir en al menos el 80 % o mejor el 85 % en peso, preferentemente en al menos el 90 % o el 95 % en peso y de manera muy especialmente preferente en al menos el 95 %, 96 %, 97 %, 98 % o el 99 % en peso en forma fundida, constituyendo las proporciones en peso residuales la cantidad de L-mentol sólido en la masa fundida. A este respecto, en el caso de la proporción contenida eventualmente de mentol sólido en la masa fundida puede tratarse de aquélla que, mediante un proceso de fusión aún no completamente finalizado del material usado para la facilitación de la masa fundida, se encuentra aún en la masa fundida o se añade al mentol completa o parcialmente fundido en forma sólida, por ejemplo en forma de cristales de L-mentol en la modificación alfa. Tales cristales que han de designarse también como cristales gérmenes de L-mentol en la modificación alfa pueden obtenerse por ejemplo de manera convencional mediante cristalización de L-mentol en una solución o en una masa fundida que contiene L-mentol.

En el contexto de una forma de realización preferente se usan tales cristales de L-mentol en la modificación alfa, que se obtienen mediante tratamiento de la masa fundida de L-mentol que va a usarse de acuerdo con la invención en un enfriador rascador, formándose los cristales gérmenes *in situ* en la masa fundida de L-mentol que va a solidificarse, de manera que se evita una etapa de trabajo adicional. El experto conoce los enfriadores rascadores de este tipo y éstos se describen por ejemplo en G. Arkenbout, *Melt Crystallization Technology*, Technomic Publishing Co. 1995, pág. 230.

La masa fundida de L-mentol que va a solidificarse se mezcla, en caso deseado, por regla general con una cantidad a ser posible baja de los cristales gérmenes mencionados de L-mentol en la modificación alfa, o bien, tal como se ha descrito anteriormente, mediante adición de los cristales a la masa fundida o mediante generación de los cristales en la masa fundida. Habitualmente se mezcla la masa fundida que va a usarse, en caso deseado, con los cristales gérmenes mencionados en una cantidad del 0,1 % al 10 % en peso, de manera especialmente preferente en una cantidad del 0,1 % al 5 % en peso, de manera muy especialmente preferente en una cantidad del 0,1 % al 2 % en peso, en particular en una cantidad del 0,1 % al 1 % en peso (respectivamente con respecto a la cantidad total de la

mezcla que va a usarse de masa fundida y cristales gérmenes).

La masa fundida de L-mentol que va a usarse de acuerdo con la invención se usa en el contexto del procedimiento de acuerdo con la invención habitualmente a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 40 °C a 60 °C, preferentemente de aproximadamente 43 °C a 50 °C. A este respecto, en el caso de masas fundidas de L-mentol en el intervalo de temperatura por debajo de 42 °C a 43 °C, es decir por debajo del punto de fusión de L-mentol, se trata de masas fundidas subenfriadas.

La masa fundida de L-mentol usada se lleva a contacto de acuerdo con la invención con dos superficies enfriadas, distancias una de otra. Preferentemente se encuentra la masa fundida de L-mentol usada en el espacio intermedio entre las dos superficies enfriadas distanciadas. La puesta en contacto de la masa fundida con las superficies individuales puede realizarse simultáneamente, es decir al mismo tiempo o puede realizarse de manera temporalmente desplazada. Habitualmente, de manera condicionada por los requerimientos técnicos de procedimiento, se realiza la puesta en contacto de la masa fundida de L-mentol usada con las dos superficies enfriadas de manera temporalmente desplazada, de modo que la masa fundida entra en contacto en primer lugar con una superficie enfriada y poco tiempo después adicionalmente con la segunda superficie enfriada. A este respecto ha resultado ventajoso mantener lo más bajo posible el intervalo de 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 primera superficie enfriada llevada a contacto, no se haya realizado aún ninguna solidificación en su mayor parte o completa de la masa fundida de L-mentol usada, antes de que se establezca el contacto con la segunda superficie enfriada. Habitualmente, el intervalo de tiempo entre la puesta en contacto de la masa fundida de L-mentol usada con las respectivas superficies asciende a no más de 30 s, preferentemente hasta 20 s y de manera especialmente preferente hasta 10 s.

En el contexto de una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención, en el caso de las superficies enfriadas que van a usarse de acuerdo con la invención se trata respectivamente de superficies lisas, preferentemente de zonas parciales planas de bandas sin fin, fabricadas de acero, otros metales, plásticos o combinaciones de estos materiales. Se prefieren especialmente bandas sin fin de acero inoxidable liso o pulido.

También la duración del contacto de la masa fundida usada, o la masa fundida que solidifica con las dos superficies enfriadas, designada a continuación como tiempo de contacto, puede ser para las superficies individuales de igual o distinto tiempo. Habitualmente, el tiempo de contacto de la masa fundida con las respectivas superficies enfriadas son de distinto tiempo, dado que, tal como se ha descrito anteriormente, la puesta en contacto se realiza con frecuencia de manera desplazada temporalmente y por regla general también el final del tiempo de contacto, es decir la finalización del contacto de la masa fundida de L-mentol completamente solidificada con la respectiva superficie enfriada se realiza en momentos distintos. Independientemente del orden temporal de la puesta en contacto de la masa fundida con las superficies individuales de las dos superficies enfriadas y del desprendimiento de la masa fundida de L-mentol completamente solidificada de las superficies, los tiempos de contacto con respecto a las superficies enfriadas individuales solapan, de modo que la masa fundida de L-mentol usada o la masa fundida de L-mentol que solidifica esté en contacto durante un espacio de tiempo seleccionable simultáneamente con las dos superficies enfriadas.

De acuerdo con la invención se mantiene el contacto entre la masa fundida de L-mentol que solidifica y las superficies enfriadas al menos hasta la finalización de la solidificación. En el contexto de la presente invención se considera finalizada la solidificación o cristalización de la masa fundida de L-mentol usada preferentemente solo entonces cuando el L-mentol obtenido se encuentra en forma sólida en al menos aproximadamente el 80 % en peso o mejor del 85 % al 100 % en peso, preferentemente en del 90 % al 100 % en peso, preferentemente en del 95 % o del 97 % al 99,5 % en peso y de manera muy especialmente preferente en del 98 % al 99 % en peso en la modificación alfa. El L-mentol de este tipo presenta tan solo en medida baja cambios mediante transformación del material en la modificación termodinámicamente más estable y se modifica por tanto con respecto a su estado de superficie, dado el caso, tan sólo en bajo alcance. La modificación existente respectivamente del L-mentol solidificado obtenido y por consiguiente la finalización del proceso de solidificación puede determinarse con procedimientos conocidos por el experto tal como difracción de rayos X o difracción de polvo (véase por ejemplo Joel Bernstein, *Polymorphism in Molecular Crystals*, Oxford University Press 2002, pág. 94-150).

Por el término "superficies enfriadas" ha de entenderse en el contexto de la presente invención aquellas superficies que presentan una temperatura por debajo del punto de fusión o de solidificación de L-mentol de 42 °C a 43 °C o están calentadas hasta una temperatura de este tipo. Las superficies enfriadas que van a usarse de acuerdo con la invención presentan independientemente entre sí respectivamente una temperatura en el intervalo de 0 °C a 35 °C, de manera especialmente preferente de 5 °C a 30 °C y de manera muy especialmente preferente en el intervalo de 10 °C a 25 °C. A este respecto, las dos superficies pueden presentar la misma temperatura o una temperatura distinta. Es también posible modificar, es decir elevar o reducir, la temperatura de las superficies enfriadas, en caso deseado de manera individual, en el transcurso del respectivo tiempo de contacto.

En el contexto del procedimiento de acuerdo con la invención, las dos superficies enfriadas presentan una orientación planoparalela con una distancia de 0,2 mm a 3 mm, preferentemente de 0,3 mm a 3 mm, de manera especialmente preferente de 0,5 mm a 2,5 mm y de manera muy especialmente preferente de 0,75 mm a 2,0 mm

una con respecto a otra. Por el término orientación planoparalela ha de entenderse a este respecto que las dos superficies enfriadas, en el contexto de exactitudes de medición habituales, presentan la misma distancia por toda la zona o zona parcial llevada a contacto con la masa fundida de L-mentol que va a solidificarse. Ventajosamente, el espacio intermedio formado entre las dos superficies enfriadas está lleno completamente con L-mentol, ya que así se proporciona una superficie de contacto lo más grande posible entre las superficies enfriadas y la masa fundida de L-mentol que va a solidificarse.

Dependiendo de las temperaturas seleccionadas de la masa fundida de L-mentol usada así como las dos superficies enfriadas se selecciona el tiempo de contacto de la masa fundida de L-mentol que solidifica con las dos superficies enfriadas ventajosamente de modo que éste sobrepase sólo levemente la duración hasta la formación de la modificación alfa del L-mentol solidificado a partir de las modificaciones formadas probablemente de manera primaria en el contexto del procedimiento de acuerdo con la invención tales como por ejemplo la modificación gamma. Habitualmente, la solidificación está finalizada tras un tiempo de contacto de aproximadamente 10 s a aproximadamente 300 s, preferentemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 250 s, preferentemente hasta aproximadamente 200 s y de manera muy especialmente preferente de 30 s a 150 s, preferentemente hasta 100 s, es decir el L-mentol obtenido se encuentra en forma sólida, tal como se ha descrito anteriormente, en al menos el 80 % en peso en la modificación alfa. A este respecto ha de entenderse los tiempos de contacto mencionados de modo que éstos indiquen los intervalos de tiempo, durante los cuales existe contacto simultáneo entre la masa fundida de L-mentol o la masa fundida de L-mentol que solidifica o ya solidificada y las dos superficies enfriadas. En caso deseado puede alargarse también además el contacto de la masa fundida de L-mentol solidificada con una de las dos superficies enfriadas.

En el contexto de una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención pueden conseguirse breves tiempos de contacto y una solidificación completa en la modificación alfa, en el que la masa fundida antes o durante la puesta en contacto con las superficies enfriadas o antes o durante la alimentación sobre la cinta de enfriamiento, tal como se ha descrito anteriormente, se mezcla con cristales gérmenes. Esto puede conseguirse por ejemplo mediante introduciendo agitando en un recipiente o esparcimiento de cristales previamente triturados de la modificación alfa del L-mentol sobre la masa fundida de L-mentol usada (la película cristalina líquida). En una forma de realización preferente de la invención se consigue la inoculación mediante paso de la masa fundida a través de un intercambiador de calor que se hace funcionar por debajo del punto de fusión, de cuyas paredes se libera material cristalizado mediante un elemento de abrasión. Para el experto es familiar esta disposición por ejemplo en forma de un enfriador rascador mencionado tal como anteriormente. De manera correspondiente a esto se caracteriza una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención porque los cristales gérmenes se forman mediante tratamiento de la masa fundida de L-mentol que va a usarse en un enfriador rascador.

El L-mentol obtenido de acuerdo con la invención en forma sólida se separa entonces, según procedimientos conocidos por el experto, de la o las superficies enfriadas. De acuerdo con la invención preferentemente se separa el L-mentol solidificado con una cuchilla ajustada de una o las dos superficies enfriadas con obtención de L-mentol en forma de copos sólidos.

En el contexto de una forma de realización especialmente preferente se realiza el procedimiento de acuerdo con la invención con el uso de un enfriador de cinta doble. El experto conoce enfriadores de cinta doble y pueden adquirirse éstos por ejemplo de las empresas Sandvik Process Systems GmbH, D-70736 Fellbach o Kaiser Steelbelt Systems GmbH, D-47800 Krefeld.

Con el uso de los enfriadores de cinta doble mencionados se realizan las superficies enfriadas que van a usarse de acuerdo con la invención en forma de dos cintas sin fin fabricadas habitualmente de acero, conducidas en sentido de giro opuesto a través de rodillos (cintas de enfriamiento) (véase C.M. van't Land, Industrial Crystallization of Melts, Marcel Dekker 2005, pág. 63). La solidificación de acuerdo con la invención de la masa fundida de L-mentol para dar L-mentol en forma sólida tiene lugar entonces en el espacio intermedio entre las zonas parciales que discurren de manera planoparalela, dirigidas una a otra de las dos cintas de enfriamiento del enfriador de cinta doble.

Para conseguir una puesta en contacto a ser posible simultánea de la masa fundida de L-mentol que va a solidificarse con las dos cintas de enfriamiento, se recomienda llevar a contacto la masa fundida con las cintas de enfriamiento a ser posible cerca del sitio en el que empieza el espacio intermedio entre las zonas parciales que discurren de manera planoparalela de las dos cintas de enfriamiento, de modo que en extensión lo más baja posible se produzca una solidificación anticipada de la masa fundida de L-mentol.

Tras la separación descrita tal como anteriormente, del L-mentol obtenido en forma sólida mediante formación de copos, puede tratarse posteriormente el material así obtenido aún mediante enfriamiento posterior, por ejemplo sobre un tornillo sin fin de transporte enfriado o una cinta transportadora enfriada.

El procedimiento de acuerdo con la invención puede realizarse de manera discontinua, por ejemplo usando punzones enfriados o de manera continua, por ejemplo usando un enfriador de cinta doble mencionado tal como anteriormente. A este respecto, en particular, el modo de procedimiento continuo abre ventajas económicas.

Mediante el procedimiento de acuerdo con la invención puede obtenerse L-mentol en forma de copos sólidos que, de manera condicionada por la solidificación en el contacto con dos superficies enfriadas, presentan al menos dos superficies lisas, no produciéndose ya en las dos superficies la transformación posterior del L-mentol que se encuentra en la superficie de la modificación gamma a la modificación alfa. Debido a ello, la estructura de superficie lisa en las dos superficies de contacto sigue en las superficies enfriadas, que confieren al L-mentol así obtenido en forma de copos sólidos propiedades ventajosas tales como por ejemplo una superficie lisa, estable así como una baja tendencia a la adhesión, conservándose las propiedades de material mencionadas también tras duración de almacenamiento más larga de algunas semanas a temperatura ambiente. Las dos superficies lisas del mentol solidificado obtenido de acuerdo con la invención no tienden a la formación de cristales en forma de aguja microscópicos que crecen de la superficie o mediante desublimación en la misma, que son responsables posiblemente de la tendencia al apelmazamiento del L-mentol solidificado de manera convencional. La presente invención se refiere según esto en otro aspecto a L-mentol en forma de copos que pueden obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención, descrito anteriormente.

Si se desprende el L-mentol que puede obtenerse de acuerdo con la invención en forma de copos sólidos de una o de las dos superficies enfriadas, preferentemente las cintas de enfriamiento de un enfriador de cinta doble que va a usarse preferentemente de acuerdo con la invención, se obtienen copos de L-mentol semitransparentes que presentan las propiedades de material ventajosas descritas.

El mentol que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención en forma de copos presenta, dependiendo de la distancia seleccionada de las dos superficies enfriadas, un espesor o grosor uniforme de 0,2 mm a 3 mm, preferentemente de 0,3 mm a 3 mm, de manera especialmente preferente de 0,5 mm a 2,5 mm y de manera muy especialmente preferente de 0,75 mm a 2 mm. El diámetro promedio, con respecto a la superficie lisa puede seleccionarse libremente dependiendo del modo de formación de copos o desprendimiento de las superficies enfriadas y varía desde cintas sin fin hasta copos triturados muy intensamente. Con respecto a la buena manejabilidad del mentol solidificado obtenido han resultado ventajosos copos con un diámetro promedio de aproximadamente 1 mm a aproximadamente 20 mm, preferentemente de aproximadamente 3 a aproximadamente 10 mm y por consiguiente preferentes de acuerdo con la invención.

El L-mentol así accesible en forma de copos sólidos, es adecuado debido a sus propiedades de material ventajosas para el procesamiento posterior, por ejemplo para la introducción en artículos de uso o de consumo tales como por ejemplo preparaciones farmacéuticas o cosméticas, alimentos, artículos para la higiene o de limpieza, dulces o productos de tabaco. La presente invención se refiere, por tanto, en otro aspecto al uso del L-mentol que puede obtenerse de acuerdo con la invención en forma de copos para la preparación de o la introducción en productos tales como artículos de uso o de consumo.

Los siguientes ejemplos sirven para la explicación de la invención sin limitar a ésta de ninguna manera:

Ejemplo 1:

Se añadió una gota de L-mentol líquido fundido sobre una placa de acero enfriada hasta 25 °C. Al charco que se forma del mentol que discurre se estampó antes de la solidificación completa un punzón de acero calentado hasta 25 °C con una carga de aproximadamente 2 N/cm². El L-mentol solidificado en el intervalo de 1 minuto para dar una masa a modo de cera y estaba tras de 2 a 3 minutos tan cristalizado que pudo retirarse de la placa rompiéndola. Se obtuvieron en los dos lados copos lisos brillantes, semitransparentes.

Ejemplo 2:

Una masa fundida calentada hasta 50 °C de L-mentol se incorporó en un enfriador rascador calentado hasta 10 °C, y se descargó líquida, sin embargo enturbiada por cristales gérmenes y se aplicó a través de un canal como película líquida sobre uno de los dos lados de la cinta de enfriamiento doble calentada hasta 10 °C. Tras un tiempo de 90 s se obtuvo en el extremo de la cinta una película de 1,5 mm de espesor, cristalizada de L-mentol que se trituró con un rodillo hendedor en copos de 4 mm a 8 mm de tamaño. Se obtuvieron en los dos lados copos que aparecen brillantes, semi-transparentes, cuyo material amontonado también tras un almacenamiento de 7 días a temperaturas de 25 °C pudo desagregarse aún mediante agitación ligera. Las paredes de los recipientes de conservación usados mostraban entonces sólo trazas de depósitos de material sublimado.

Ejemplo comparativo 1:

Una masa fundida calentada hasta 50 °C de mentol se alimentó al tanque de inmersión de un rodillo de formación de copos. Sobre el rodillo calentado hasta 15 °C se fijó una película de L-mentol que se solidificó durante la rotación del rodillo por el volumen de aire. Tras un tiempo de permanencia de 60 s se obtuvo una capa de mentol de 0,7 mm de grosor, aún a modo de cera, que tras enfriamiento durante otros 2 minutos en el aire se trituró con un rodillo hendedor en copos de 5 mm a 10 mm de tamaño. Estos copos presentaban en un lado una superficie altamente porosa, rugosa. Su material amontonado estaba fuertemente apelmazado tras algunos días en condiciones ambiente, las paredes del recipiente estaban cubiertas con grandes cantidades de material sublimado.

Ejemplo comparativo 2:

Se añadió una gota de L-mentol líquido fundido sobre una placa de acero enfriada hasta 25 °C. El charco que se forma del mentol que discurre solidificó en el intervalo de 2 minutos para dar una masa a modo de cera y estaba tras de 3 a 4 minutos tan cristalizada que pudo retirarse rompiendo la placa. Se obtuvieron copos de L-mentol que presentaban un lado brillante, marcadamente liso y una superficie rugosa de brillo blanco.

5

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la preparación de L-mentol en forma de copos sólidos mediante puesta en contacto de una masa fundida de L-mentol con dos superficies enfriadas distanciadas una de otra, con solidificación de la masa fundida de L-mentol para dar L-mentol en forma sólida, en el que se mantiene el contacto entre la masa fundida de L-mentol que solidifica y las superficies enfriadas al menos hasta la finalización de la solidificación y en el que las dos superficies enfriadas presentan una orientación planoparalela con una distancia de 0,2 mm a 3 mm una con respecto a otra e independientemente entre sí presentan cada una una temperatura en el intervalo de 0 °C a 35 °C, y separación del L-mentol obtenido en forma sólida de una o las dos superficies enfriadas en forma de copos sólidos.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** se mantiene el contacto entre la masa fundida de L-mentol que solidifica y las superficies enfriadas el tiempo necesario hasta que el L-mentol en forma sólida se encuentra en al menos el 80 % en peso en la modificación alfa.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado porque** el espacio intermedio entre las dos superficies enfriadas está completamente lleno de mentol.
- 15 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el tiempo de contacto entre L-mentol y las superficies enfriadas asciende a de 10 s a 300 s.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** se usa una masa fundida de L-mentol que presenta un exceso enantiomérico de al menos el 95 % de ee y un contenido de L-mentol de al menos el 95 % en peso, con respecto al peso total de la masa fundida.
- 20 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** se usa una masa fundida de L-mentol con una temperatura en el intervalo de 40 °C a 60 °C.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** se mezcla la masa fundida de L-mentol que va a usarse antes de la puesta en contacto con las superficies enfriadas con del 0,1 % al 10 % en peso de cristales gérmenes de L-mentol.
- 25 8. Procedimiento según la reivindicación 7, **caracterizado porque** los cristales gérmenes se forman mediante tratamiento de la masa fundida de L-mentol que va a usarse en un enfriador rascador.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** se realiza con el uso de un enfriador de cinta doble.
- 30 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** las dos superficies enfriadas son las zonas parciales que discurren de manera planoparalela de las cintas de enfriamiento de un enfriador de cinta doble.
11. L-mentol en forma de copos sólidos, que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10.
12. Copos de L-mentol según la reivindicación 11 con un espesor de 0,2 mm a 3 mm.
13. Copos de L-mentol según las reivindicaciones 11 o 12 con un diámetro promedio de 1 mm a 20 mm.
- 35 14. Uso de L-mentol en forma de copos según una de las reivindicaciones 11 a 13 para la preparación de o la incorporación en artículos de uso y consumo.