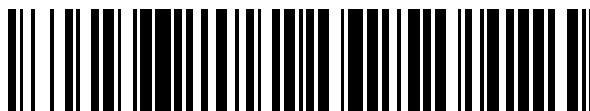


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 424**

51 Int. Cl.:

C07C 51/41 (2006.01)

C07C 51/43 (2006.01)

C07C 59/08 (2006.01)

A61Q 11/00 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.02.2009 PCT/EP2009/051372**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.08.2009 WO09098286**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.02.2009 E 09707390 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.08.2017 EP 2247565**

54 Título: **Polvo de lactato metálico y procedimiento de preparación**

30 Prioridad:

08.02.2008 EP 08101414

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
28.11.2017

73 Titular/es:

PURAC BIOCHEM BV (100.0%)

Arkelsedijk 46

4206 AC Gorinchem, NL

72 Inventor/es:

VORAGE, MARCUS JOHANNES ANTHONIUS

WILHELMUS y

JANISSEN, MARTIJN

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 644 424 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

Polvo de lactato metálico y procedimiento de preparación

5 La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento para la preparación de un producto en polvo de lactato metálico y al producto en sí mismo. Además, la invención se dirige a las aplicaciones del producto en las que dicho producto de lactato metálico puede aplicarse.

10 La patente US 4,282,385 (Metz et al.) describe nuevos lactatos metálicos sólidos, hiperácidos que contienen hasta veinte moles de ácido láctico por mol de lactato metálico neutral, y que se producen mediante la reacción de una solución acuosa de ácido láctico que contiene hasta aproximadamente 0,5 por ciento de ácidos polilácticos con un compuesto metálico adecuado. Tales lactatos tienen la fórmula $\text{Me}(\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3)_x(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3)_n$ en la que n representa un número de 4 a 2 y x corresponde a la valencia del metal Me, y son útiles en la industria alimenticia como sustitutos de ácidos lácticos líquidos en la producción de pan y bebidas.

15 Se conoce que estos y otros lactatos metálicos tales como lactato de zinc o lactato de magnesio son preparados mediante cristalización. Un proceso de cristalización un es proceso costoso y complejo. Los procesos de cristalización requieren varias etapas de separación líquido/sólido para la separación de los cristales. Los cristales se tratan además en varias etapas de lavado y secado. Se necesitan etapas de procesamiento adicionales para el tratamiento del líquido madre y de las diversas corrientes de purga que resultan del mismo. En todas estas etapas, el riesgo de pérdidas potenciales de producto y pérdidas en el rendimiento es muy alto, lo que hace al proceso de cristalización complejo y costoso.

20 El proceso de cristalización es conocido en sí mismo como muy difícil de controlar. Esto conduce a un producto cristalino que no siempre tiene propiedades muy favorables para las aplicaciones en las que se usará. Existe, por ejemplo, una necesidad de que el lactato de zinc y lactato de magnesio mejoren las propiedades de fluidez y disolución. Además, el lactato de zinc y lactato de magnesio cristalinos son relativamente pegajosos y polvorientos. Además, se pierden cantidades significativas de productos en estas operaciones tanto como los productos que quedan atrás. El procedimiento requiere, además, etapas de procesamiento adicionales que resultan costosas y que consumen tiempo para la limpieza de equipo y los sistemas de transporte/embalaje que se utilizan.

25 Existe, de este modo, una necesidad de que los lactatos de estos metales tengan mejores propiedades físicas con respecto a propiedades tales como, por ejemplo, comportamiento de disolución, espolvoreamiento, fluidez y una estabilidad mejorada. Una solución a este problema se encontró ahora al preparar estos lactatos metálicos para obtener polvo o polvo aglomerado de una nueva manera.

30 La presente invención proporciona un nuevo procedimiento para la preparación de lactato metálico que comprende un proceso de secado por pulverización. Este nuevo procedimiento de secado por pulverización tiene diversas ventajas en comparación con el procedimiento de producción de cristalización que se menciona anteriormente. El nuevo procedimiento de producción es muy eficiente, tiene un alto rendimiento del producto, tiene mínimas pérdidas del producto y bajos costes de producción y no genera subproductos residuales en contraste con los procesos de precipitación/cristalización. Además, en el nuevo procedimiento de producción de acuerdo con la presente invención no se necesitan materiales auxiliares tales como catalizadores o agentes de lavado como, por ejemplo, éter, y tampoco se necesitan separación, lavado, secado u otras etapas de procesamiento que se presentan normalmente en los procesos de cristalización. El nuevo procedimiento de producción no resulta complejo y es fácil de controlar (automáticamente) y se alcanza, como una consecuencia, un producto de calidad constante.

35 Se conoce la producción de lactato de calcio mediante secado por pulverización. Este es el único producto de lactato en el que se conoce que el secado por pulverización conduce a un producto deseado.

40 El documento US 20030068424 (Urbano et al.), se refiere a una solicitud de patente danesa NL7106959, en la que se describe un proceso de secado por pulverización para lactato de sodio. Sin embargo, como se confirmó mediante el documento US 20030068424, este proceso de secado por pulverización de lactato de sodio da como resultado un producto vítreo que se forma en la pared de la torre de pulverización. Requiere de medidas especiales, tales como, por ejemplo, cocinar una solución salina primero, luego de lo cual la solución de lactato de sodio puede secarse por pulverización, para impedir que este producto se adhiera a la pared de la torre de pulverización. Además el producto resultante no es muy estable. Estos problemas se conocen, además, por ocurrir cuando el lactato de potasio se seca por pulverización. Un componente tal como lactato de hierro no puede realizarse tampoco mediante secado por pulverización debido a las diversas reacciones laterales que ocurren cuando el hierro reacciona con el material a partir del cual se constituye la torre de pulverización.

45 Esto demuestra como depende el éxito de un proceso de secado por pulverización y el polvo resultante y sus propiedades con respecto a los componentes que se van a fabricar mediante secado por pulverización y, en especial, con respecto al ión catiónico de dicho componente. Se desconoce todavía la producción de lactato de zinc o magnesio mediante secado por pulverización.

Con el proceso de secado por pulverización de acuerdo con la presente invención se obtiene un nuevo producto en polvo de lactato metálico que tiene propiedades mejoradas debido a sus nuevas características estructurales. Estas propiedades mejoradas hacen que el producto sea de fácil manejo y transporte a diferencia de los actuales polvos de lactato metálico no secados por pulverización disponibles comercialmente. Las pérdidas del producto en el manejo, transporte y embalaje de los polvos se minimizan y no se necesitan una limpieza adicional del equipo y sistemas de transporte adicionales.

Además, como las propiedades de producto del producto secado por pulverización de acuerdo con la presente invención pueden controlarse, el producto puede dirigirse para que adquiera propiedades que son de interés para una cierta aplicación específica. Esto expande el campo de aplicaciones posibles en el que, hasta ahora, no era posible o no resultaba muy ventajoso, el uso de lactato de magnesio o zinc. Además, el espolvoreamiento o adherencia del lactato metálico secado por pulverización puede controlarse o dirigirse.

Además, se encontró que el lactato metálico secado por pulverización de acuerdo con la presente invención resultaba mucho más adecuado para formación de comprimidos en contraste con el lactato metálico disponible comercialmente tal como lactato de zinc y lactato de magnesio producidos mediante cristalización ya que la compresibilidad del lactato metálico de la presente invención es mucho menor, lo que indica que se necesita una presión significativamente baja para obtener comprimidos firmes.

El procedimiento de secado por pulverización de acuerdo con la presente invención para la preparación de lactato metálico secado por pulverización comprende un proceso de secado por pulverización en el que se atomiza una solución o suspensión de alimentación que comprende lactato metálico y las gotas atomizadas se ponen en contacto con gas caliente que tiene una temperatura de entre 100 y 300 grados Celsius lo que da como resultado la formación de partículas de lactato metálico secadas por pulverización seguida de la separación de las partículas sólidas a partir del gas, en el que el metal se selecciona a partir de zinc y magnesio. La solución o suspensión de alimentación comprende entre el 10 al 70 % en peso del lactato metálico. Cuando se hace referencia a las soluciones, se aplica un intervalo de aproximadamente 10 al 45 % en peso.

El proceso de secado por pulverización puede llevarse a cabo en los diversos equipos y aparatos de secado por pulverización bien conocidos y que se disponen comercialmente, en los que el gas caliente y la solución o suspensión de lactato metálico atomizada fluyen con la corriente, contra la corriente, como un flujo mezclado en el secador, etcétera.

El gas caliente, por ejemplo, aire, tiene una temperatura que varía desde 100 grados Celsius a 300 grados Celsius y, de manera opcional, una presión reducida de entre 0,1 a 10 mbar por debajo de la presión atmosférica y, más preferentemente, 0,5 a 5 mbar por debajo de la presión atmosférica [es decir, 0,995-0,9995 bar]. El gas caliente se usa para la evaporación o el secado de las gotas pulverizadas. El proceso de secado puede realizarse en una fase, lo que significa en un solo pase a través del secador, o en múltiples fases.

Las boquillas, a través de las cuales la solución o suspensión se bombea y atomiza, pueden ubicarse en la parte de arriba, en la parte de abajo o a ambos lados del secador. Diferentes tipos de boquillas son posibles. En una realización preferida de la presente invención, las boquillas se ubican en la parte de arriba y el aire caliente se introduce principalmente a partir de arriba para fluir con la corriente con la pulverización de las gotas.

La atomización puede realizarse mediante el uso de atomizadores giratorios, boquillas de alta presión o boquillas de dos fluidos, o combinaciones de los mismos, todo tipo de boquillas bien conocidas por la persona capacitada en la técnica. Se encontró que las soluciones y suspensiones de lactato de magnesio se atomizan de mejor manera con boquillas de dos fluidos y el uso de vapor comprimido, mientras que el lactato de zinc se atomiza preferentemente con boquillas de alta presión a presiones de aproximadamente 80 a 250, más preferentemente, 100 a 200 bar.

La solución o suspensión de lactato metálico secada por pulverización que se usa como alimentación para el proceso de secado por pulverización puede obtenerse mediante diversos medios tal como, por ejemplo, mediante un medio de reacción o cristalización/precipitación.

La solución o suspensión de alimentación de lactato metálico secado por pulverización puede obtenerse, por ejemplo, mediante reacción de una solución o suspensión de ácido láctico acuosa con hidróxido de metal o polvo de óxido de metal o en la presencia de agua.

En una realización preferida de la presente invención, se obtiene una suspensión que comprende cristales que se someten a una etapa de molienda antes de suministrar la suspensión a la torre de pulverización. De esta manera, se puede obtener una suspensión que tiene una cierta distribución por tamaño de partícula deseada y que comprende de alguna manera partículas de mejor forma en comparación con los cristales constituidos anteriormente.

Se obtiene un resultado incluso mejor cuando esta etapa de molienda se integra con la etapa de cristalización.

Otra realización preferida de la presente invención comprende una preparación de la solución o suspensión de corriente de alimentación que se suministra a la torre de pulverización en la que dicha preparación comprende la mezcla de agua, ácido láctico y el hidróxido u óxido de metal relevantes bajo condiciones turbulentas con respecto al

perfil de flujo en el que la reacción de neutralización se lleva a cabo muy rápidamente y la nucleación se lleva a cabo en condiciones de sobresaturación. El resultado consiste en una solución metaestable altamente sobresaturada que se suministra directamente a un cristizador en el que se lleva a cabo el crecimiento adicional del cristal. La suspensión de cristal estable que sale del cristizador es entonces suministrada a la torre de pulverización.

La solución sobresaturada puede ser suministrada, además, en forma directa a la torre de pulverización en lugar de un cristizador.

Las condiciones de perfil de flujo turbulentas y medio de mezcla puede alcanzarse mediante el uso de un mezclador de vórtice o una pieza similar del equipo en el que el medio de mezcla se alcanza mediante la manipulación de la dirección y tamaños de los flujos que se introducen en el equipo y mediante la geometría de dicho equipo. Este proceso o procedimiento para obtener una solución sobresaturada de lactato metálico se describe en detalle en la publicación de solicitud de patente europea EP 2 252 391 A1 (Purac Biochem B.V.) denominada "Mezclador de vórtice y procedimiento para obtener una solución o suspensión sobresaturada".

Se prefiere que la presión en el mezclador de vórtice sea de al menos 0,3 bar (por encima de la presión atmosférica), preferentemente, al menos 0,5 bar. De este modo, el tiempo que requieren los cristales para alcanzar una distribución por tamaño de partícula deseada, normalmente mediante la recolección de la solución sobresaturada en un recipiente agitado o cristizador, se reduce significativamente. Por supuesto, la presión está limitada por la fuerza mecánica del mezclador usado, por ejemplo, a 5 o 10 bar.

Se encontró que a la salida del mezclador de vórtice, las soluciones altamente sobresaturadas con un contenido muy alto de sólidos secos, por ejemplo, más del 25 % en peso o más del 30 % en peso y, por ejemplo, hasta el 50 % en peso, pueden producirse cuando todavía se encuentran a baja viscosidad. Un beneficio del mezclador de vórtice en este caso consiste en que la mezcla se lleva a cabo antes de que se forme una suspensión que contiene grandes cantidades de cristales pequeños. Estas suspensiones que contienen grandes cantidades de cristales pequeños son bien conocidas por su alta viscosidad en altas concentraciones de sólidos secos. La mezcla de líquidos a baja viscosidad es mucho más rápida y consume menos energía que la mezcla de líquidos de alta viscosidad o suspensiones. De este modo, mediante el uso del mezclador de vórtice, resulta posible producir suspensiones con muy altas concentraciones de sólidos secos, lo que será muy difícil, sino imposible, de obtener en una configuración de reactor de tanque agitado.

Debido a esta etapa de preparación anterior a la etapa de secado por pulverización actual, el resultado del proceso de secado por pulverización de acuerdo con la presente invención consiste en un polvo que es muy estable y tiene propiedades muy ventajosas con respecto a, por ejemplo, la distribución por tamaño de partícula (tamaños en el intervalo de aproximadamente 5 a 100 μm), fluidez, disolución, espolvoreamiento y adherencia. Además, esta preparación posibilita el secado por pulverización de suspensiones altamente concentradas de entre el 10 al 70 % en peso del lactato metálico, más preferentemente entre el 10-45 % en peso. El alto rendimiento que se alcanza de esta manera y el ahorro de una etapa de molienda adicional producen una reducción significativa en los costes del proceso de secado por pulverización.

Se obtuvieron buenos resultados con una corriente de alimentación de lactato de zinc que comprende partículas que tienen un tamaño promedio ($d_{50}(\mu\text{m})$) de aproximadamente 5 a 50 μm y, en especial, se obtuvieron buenos resultados con una corriente de alimentación de lactato de zinc que comprende partículas que tienen un tamaño promedio de entre 5 y 25 μm . Los nuevos polvos que se obtuvieron después del secado por pulverización demostraron, por ejemplo, una muy buena velocidad de disolución y fluidez, que hicieron a los polvos muy adecuados para diversas aplicaciones, en especial, en aquellas aplicaciones en las que dichas propiedades cumplen un rol, tal como, por ejemplo, en aplicaciones cosméticas y de cuidado personal, que incluye aplicaciones de cuidado bucal, y en aplicaciones de liberación controlada.

Se encontraron resultados similares para lactato de magnesio.

En una realización preferida del proceso de secado por pulverización de acuerdo con la presente invención, las gotas pulverizadas están cayendo mientras se secan mediante el aire caliente. Después de esta primera fase de secado, las partículas pueden recuperarse a través de una segunda fase de secado que puede integrarse en la sección inferior de la torre de pulverización. Dicha sección inferior comprende luego un lecho integrado a través del cual el aire caliente fluye para secado adicional de las partículas. Esta etapa de secado puede realizarse además de manera externa en un equipo de secado por separado.

Después de la primera y/o segunda etapa de secado, las partículas son además transportadas posteriormente mediante un lecho agitador o vibratorio. Este lecho agitador o vibratorio sirve para acondicionamiento adicional como, por ejemplo, enfriamiento de las partículas. Las partículas pueden recuperarse luego a través de un sistema de clasificación que comprende tamices y fresas en caso de que se requiera un ajuste mejor del tamaño de la partícula. Luego de la molienda, las partículas finas pueden reciclarse de regreso a la sección de pulverización de la torre de pulverización.

Un objetivo adicional de la invención consiste en proporcionar nuevos productos de lactato metálico. El procedimiento de la presente invención, como se define anteriormente en el presente documento y en las

reivindicaciones adjuntas, da como resultado un producto de lactato metálico, tal como lactato de zinc y lactato de magnesio, que es de flujo libre, de menor polvo y de menor adherencia (controlable) y que comprende partículas de forma agradable casi redonda o esférica en contraste con los productos de lactato metálico secados por pulverización disponibles comercialmente. Estos últimos productos comprenden partículas con muchos bordes de bloqueo que son similares a bloques de forma cúbica o piramidal o de una forma intermedia. Estas partículas de forma cúbica o de barra indican que dichas partículas se constituyen mediante procesos de cristalización. Las partículas de lactato metálico secadas por pulverización de forma esférica agradable de la presente invención tienen una distribución por tamaño de partícula mucho más limitada en comparación con el lactato metálico disponible comercialmente. Los tamaños de partículas pueden dirigirse y pueden ser de entre 5 y unos 1000 micrómetros. Dependiendo de la aplicación en la que se usará el lactato metálico, se puede otorgar a las partículas la distribución por tamaño de partícula adecuada.

El nuevo producto de lactato metálico de la presente invención tiene características estructurales nuevas que dan como resultado una muy elevada fluidez y un producto de lactato metálico ya visiblemente observable de menor polvo con respecto al polvo de lactato metálico disponible comercialmente. El producto en polvo de lactato metálico de la presente invención tiene un índice de Hausner (un parámetro bien conocido para expresar o indicar el grado de fluidez con) de, como máximo, 1,18. Esto significa que se puede transportar y manejar con mayor facilidad y que la tendencia al apelmazamiento es menor en comparación con el lactato metálico disponible comercialmente. El lactato de zinc constituido mediante el procedimiento de secado por pulverización de la presente invención demostró un índice de Hausner de aproximadamente 1,18. Un índice de Hausner mayor a 1,4 significa, como una persona capacitada en la técnica de polvos conoce, que el polvo es cohesivo y, de este modo, más difícil o incluso no adecuado para el manejo y transporte apropiados. El lactato de zinc disponible comercialmente tiene un índice de Hausner de aproximadamente 2. El lactato de zinc constituido mediante secado por pulverización que utiliza boquillas de dos fluidos demostró un índice de Hausner de 1,14 y el lactato de zinc constituido mediante secado por pulverización que utiliza boquillas de alta presión mostró tener incluso un índice de Hausner de 1,09. El lactato de magnesio constituido mediante el procedimiento de secado por pulverización de acuerdo con la presente invención tiene un índice de Hausner de 1,13 lo que indica una buena fluidez en contraste con el lactato de magnesio disponible comercialmente que se constituye mediante cristalización que se midió para tener una fluidez muy pobre representada por un índice de Hausner de 1,62.

Los polvos de lactato metálico que se obtienen a partir del procedimiento de secado por pulverización de acuerdo con la presente invención tienen además una compresibilidad del 12 % y que disminuye a incluso aproximadamente el 8 % (ambas para polvo de lactato de zinc y de lactato de magnesio). Este factor de baja compresibilidad demuestra la idoneidad de los polvos de lactato metálico de la presente invención entre otros para formar comprimidos. El lactato de zinc disponible comercialmente tiene una compresibilidad de aproximadamente 50 %. El lactato de magnesio disponible comercialmente demostró además una muy pobre compresibilidad de aproximadamente tres veces más alta (38 %) con respecto al lactato de magnesio constituido mediante el procedimiento de secado por pulverización de acuerdo con la presente invención.

Además, los polvos de lactato metálico secado por pulverización (ambos, lactato de magnesio y lactato de zinc) de la presente invención tienen un ángulo de reposo y un ángulo de espátula de 37 grados y más bajo y 40 a incluso 34 grados y más bajo, respectivamente. Ambos ángulos constituyen un medio para expresar la fluidez del polvo con. Como la persona capacitada en la técnica de polvos bien conoce, cuanto más pequeños o más inclinados son estos ángulos, mejor resulta ser la fluidez del polvo. Un ángulo de reposo por debajo de 40 grados y por debajo de 45 grados para el ángulo de espátula indica una buena fluidez. Un ángulo de espátula de 34 grados o más bajo indica incluso una fluidez relativamente buena a muy buena. El lactato de magnesio disponible comercialmente tiene un ángulo de reposo de 48 grados y un ángulo de espátula de 82 grados. El lactato de zinc disponible comercialmente muestra un ángulo de reposo de aproximadamente 60 grados y un ángulo de espátula de 88.

El nuevo producto de la presente invención muestra un caudal dinámico de aproximadamente 112 ml/s (y teniendo el tamaño de partícula la mayor dependencia entre otros, como la persona capacitada en la técnica bien lo sabe) mientras que el polvo de lactato metálico disponible comercialmente, tal como, por ejemplo, Puramex Zn®, no mostró tener ninguna consistencia y caudal dinámico para medición ya que causó continuamente problemas debido a que tapaba el equipo de medición.

El procedimiento de secado por pulverización de acuerdo con la presente invención ha demostrado producir polvos de lactato de zinc que tienen un tiempo de disolución (a temperatura ambiente), que depende del tamaño y distribución por tamaño de las partículas de lactato de zinc, desde aproximadamente 50 a 100 e incluso desde 5 a 50 segundos para aproximadamente el 1 % en peso de las partículas de lactato de zinc secado por pulverización o gránulos en agua. Con partículas de lactato de zinc disponible comercialmente o gránulos constituidos mediante cristalización, se tarda aproximadamente 225 a 485 segundos para el 1 % en peso para disolver en agua a temperatura ambiente. Esta diferencia significativa crea muchas aplicaciones nuevas en las que el lactato de zinc disponible comercialmente no podía o no resultaba ventajoso para su uso ya que no se disolvía lo suficientemente rápido.

El lactato de magnesio disponible comercialmente mostró una velocidad de disolución dos veces más lenta en comparación con lactatos de magnesio constituidos mediante el procedimiento de acuerdo con la presente invención.

- 5 Debido a las propiedades ventajosas del polvo que se mencionan anteriormente, se encontró que el polvo de lactato metálico secado por pulverización que se obtiene mediante la presente invención resulta adecuado para diversas aplicaciones del producto tales como aplicaciones cosméticas y de cuidado personal, aplicaciones dentales o bucales y aplicaciones técnicas.

- 10 Además, el polvo de lactato metálico secado por pulverización de acuerdo a la presente invención, y en especial, el lactato de magnesio secado por pulverización, puede usarse en diversos productos en el campo de los alimentos en general, especialmente en suplementos vitamínicos y minerales y en bebidas.

- 15 Se encontró que el lactato metálico secado por pulverización de acuerdo con la presente invención resulta adecuado para constituir comprimidos de. Esto crea nuevas aplicaciones adicionales en las que no se podía usar anteriormente ningún polvo de lactato metálico ya que el polvo de lactato metálico disponible comercialmente no era adecuado.

Los siguientes ejemplos no limitantes ilustran la invención.

Experimentos:

Primer ejemplo de lactato de zinc secado por pulverización

- 20 Una alimentación de suspensión que comprende lactato de zinc se constituye mediante la reacción de ácido láctico con óxido de zinc en un ambiente acuoso. De manera opcional, la corriente de alimentación pasa a través de una etapa de molienda.

- 25 Una alimentación de suspensión que comprende aproximadamente el 35 % en peso del lactato de zinc con cristales de aproximadamente un promedio de 40 μm ($d_{0,5}$) fue suministrada a un secador por pulverización de cuerpo amplio STORK® disponible comercialmente. La solución se suministró a una temperatura variable de 100 a 120°C a través de boquillas de tipo dos fluidos (ubicadas en la parte de arriba de la torre) y se atomizó por medio de la aplicación de vapor bajo una presión que se varió durante la prueba desde aproximadamente 10 a 6 bar. La pulverización de las gotas se puso en contacto con aire caliente (introducido principalmente desde arriba en la torre seca de pulverización) con una temperatura de entrada de aproximadamente 165 a 200°C. La temperatura de salida fue de aproximadamente 90 a 110°C.

- 30 Las partículas secadas por pulverización fueron recolectadas en la parte de abajo de la torre y transportadas mediante un lecho agitador para enfriamiento.

- 35 Los polvos de lactato de zinc secado por pulverización resultantes que se obtuvieron en la prueba a 8 bar y en la prueba a 6 bar, denominados respectivamente en lo sucesivo suspensión ZnL SC10-CL-NoFR-100 y suspensión ZnL SC06-CL-NoFR-100, tuvieron un contenido de humedad promedio de aproximadamente 9,3 % en peso. La suspensión ZnL SC10-CL-NoFR-100 mostró la siguiente distribución por tamaño de partícula: $d_{0,1}$ (μm): 15,3, $d_{0,5}$ (μm): 61,5, $d_{0,9}$ (μm): 185,8 (Envergadura = 2,77).

La suspensión ZnL SC06-CL-NoFR-100 mostró la siguiente distribución por tamaño de partícula: $d_{0,1}$ (μm): 11,9, $d_{0,5}$ (μm): 51,6, $d_{0,9}$ (μm): 131,98 (Envergadura = 2,33).

- 40 Al reciclar se descargan las partículas finas y partículas finas a las boquillas, a una presión de aproximadamente 10 bar a una temperatura de la alimentación de aproximadamente 120°C, se obtuvo un polvo que demostró un contenido de humedad de aproximadamente 3,5 % en peso y un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 179 a 194 micrómetros. Este polvo, denominado en lo sucesivo suspensión ZnL SC10-CL- FR-120, se midió para tener la siguiente distribución por tamaño de partícula:

$d_{0,1}$ (μm): 67,4, $d_{0,5}$ (μm): 120,2, $d_{0,9}$ (μm): 203,3 (Envergadura = 1,13).

- 45 Cuando las boquillas de dos fluidos se intercambiaron por boquillas de alta presión, se aplicó una presión de aproximadamente 100 bar y sin aplicación de un reciclaje de las partículas finas, se obtuvo un polvo con un contenido de humedad promedio de aproximadamente 2,2 a 2,8 % en peso. Este polvo, denominado en lo sucesivo suspensión ZnL HP100-CL-NoFR-120, mostró la siguiente distribución por tamaño de partícula: $d_{0,1}$ (μm): 17,5, $d_{0,5}$ (μm): 47,4, $d_{0,9}$ (μm): 107,0 (Envergadura = 1,89).

- 50 Segundo ejemplo de lactato de zinc secado por pulverización

Se suspendió óxido de zinc en agua desmineralizada de aproximadamente 80°C. Se agregó una solución de ácido láctico 92 % en peso bajo agitación continua hasta que el pH de la solución fue de aproximadamente 5,34.

- 5 El lactato de zinc resultante de aproximadamente 16 % en peso fue suministrado a la torre de secado por pulverización. La suspensión se suministró a través de boquillas de alta presión (ubicadas en la parte de arriba de la torre) y atomizadas (presión aplicada ~ 100 bar). La pulverización de gotas se puso en contacto con aire caliente (introducido principalmente desde arriba de la torre de secado por pulverización) con una temperatura de entrada de aproximadamente 220-245°C. La temperatura de salida fue de aproximadamente 80-120°C.
- Las partículas secas por pulverización se suministraron a un filtro posterior en el que las partículas y el aire fueron separados. Las partículas fueron recuperadas a través de un sistema de clasificación que comprende tamices y una fresa.
- 10 El resultado fue un polvo de lactato de zinc no adhesivo, visualmente observable como sin polvo, de libre flujo con aproximadamente el 3 a 4 % en peso del contenido de humedad.
- Primer ejemplo de lactato de magnesio secado por pulverización
- Una alimentación de suspensión que comprende lactato de magnesio se constituyó mediante reacción de ácido láctico con óxido de magnesio en un ambiente acuoso.
- 15 Una alimentación de suspensión que comprende aproximadamente el 35 % en peso del lactato de magnesio con cristales de aproximadamente un promedio de 42 μm ($d_{(0,5)}$) fue suministrada a un secador por pulverización de cuerpo amplio STORK® disponible comercialmente. La solución se suministró con una temperatura entrante de aproximadamente 100°C a través de boquillas del tipo dos fluidos (ubicadas en la parte de arriba de la torre) y se atomizó por medio de la aplicación de vapor bajo una presión de aproximadamente 10 bar (en una prueba posterior se disminuyó a aproximadamente 6 bar). La pulverización de las gotas se puso en contacto con aire caliente (introducido principalmente desde arriba en la torre de secado por pulverización) con una temperatura de entrada de aproximadamente 165 a 200°C. La temperatura de salida fue de aproximadamente 90 a 110°C.
- 20 Las partículas secadas por pulverización fueron recolectadas en la parte inferior de la torre y transportadas mediante un lecho agitador para enfriamiento.
- 25 El polvo de lactato de magnesio secado por pulverización resultante tuvo un contenido de humedad promedio de aproximadamente el 14 % en peso y un tamaño de partícula promedio de 52 micrómetros. La distribución por tamaño de partícula fue como se muestra a continuación:
- < 40 micrómetros: 44,8 %
- 40-63 micrómetros: 33,1 %
- 30 63-100 micrómetros: 19,9 %
- > 100 micrómetros: 2,2 %
- En algunas pruebas se realizó un reciclaje de descarga de partículas finas y las partículas finas volvieron a las boquillas.
- 35 El polvo obtenido demostró un contenido de humedad de aproximadamente el 14,7 % en peso y un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 190 a 200 micrómetros. La distribución por tamaño de partícula fue como se muestra a continuación:
- < 75 micrómetros: 5,1 a 7,6 %
- 75-106 micrómetros: 31,2 a 20,9 %
- 106-180 micrómetros: 36,2 a 34,8 %
- 40 180-250 micrómetros: 17,3 a 22,1 %
- 250-425 micrómetros: 9,3 a 12,8 %
- 425-850 micrómetros: 0,9 a 1,8 %
- >850 micrómetros: 0,1 %
- Al reducir la presión a aproximadamente 6 bar, el polvo de lactato de magnesio que se obtuvo fue más áspero.
- 45 Segundo ejemplo de lactato de magnesio secado por pulverización
- Una suspensión que comprende aproximadamente el 30 % en peso del lactato de magnesio con partículas de un tamaño promedio de aproximadamente 24 μm ($d_{50}(\mu\text{m})$) se suministró a una torre de secado por pulverización. La suspensión se suministró a través de boquillas de tipo dos fluidos (ubicadas en la parte de arriba de la torre) y se

atomizó por medio de la aplicación de vapor bajo una presión de aproximadamente 8 a 10 bar. La pulverización de las gotas se puso en contacto con aire caliente (introducido principalmente desde arriba en la torre de secado por pulverización) con una temperatura de entrada de aproximadamente 230-245°C. La temperatura de salida fue de aproximadamente 100 a 120°C.

Las partículas secas por pulverización fueron introducidas además en un lecho estático integrado en la sección inferior de la torre para secado adicional y fueron transportadas posteriormente mediante un lecho agitador para enfriamiento. Las partículas fueron luego recuperadas a través de un sistema de clasificación que comprende tamices y una fresa.

El resultado fue un polvo de lactato de magnesio no adhesivo, visualmente observable como sin polvo, de libre flujo con un contenido de humedad de aproximadamente el 15 % en peso. El polvo obtenido tiene la siguiente distribución por tamaño de partícula: $d_{0,1}$ (µm): 6,2, $d_{0,5}$ (µm) : 57,5, $d_{0,9}$ (µm) : 174,7 (Envergadura = 2,9).

El lactato de magnesio, PURAMEX MgL®, disponible comercialmente tiene la siguiente distribución por tamaño de partícula: $d_{0,1}$ (µm): 3,5, $d_{0,5}$ (µm) : 34,9, $d_{0,9}$ (µm) : 161,5 (Envergadura = 4,5).

Imágenes de SEM

Las imágenes de SEM de las composiciones de polvo secado por pulverización que se obtuvo mediante el procedimiento de acuerdo con la presente invención mostraron partículas de forma casi completamente redonda o esférica (algunas aglomeradas entre sí) como se muestra en Figuras 1 (lactato de magnesio) y 3 (lactato de zinc) en contraste con el polvo de lactato de magnesio y lactato de zinc disponibles comercialmente como, por ejemplo, PURAMEX MgL® (Figura 2) y PURAMEX ZnL® (Figura 4), ambos obtenidos a partir de PURAC Biochem B.V..

Medición de la velocidad de disolución

Se pesaron 198,0 gramos de agua desmineralizada en un vaso de precipitado de vidrio de 250 ml al que se agregó una barra de agitación magnética (4 cm). El vaso de precipitado se colocó en un agitador magnético y la solución se agitó a 500 rpm. Se insertaron el metro y termómetro de conductividad. Se agregaron 2,00±0,02 gramos (1 % (w/w)) de muestra de lactato metálico y la conductividad se midió automáticamente una vez cada 5 segundos y se registró mediante ordenador. Después de 20 minutos, la medición de conductividad se detuvo. A partir de las mediciones de conductividad en el tiempo, se calculó la velocidad de disolución utilizando la siguiente fórmula:

$$Dt = Ct/Cend \cdot 100$$

En la que Dt es la velocidad de disolución (%) en un tiempo dado (t), Ct es la conductividad (mS/cm) en un tiempo dado (t), Cend es la conductividad (mS/cm) al final de la medición (t).

En las pruebas iniciales ocurrió que todas las muestras se disolvieron fácilmente. Se estima que, por lo tanto, todas las muestras se disolverán en 1200 segundos. De este modo, la velocidad de disolución se calcula con los datos a partir de las mediciones de conductividad usando el valor para la conductividad a 1200 segundos. El tiempo de disolución se determina al 98 % de la velocidad de disolución. Los valores medidos se muestran en la siguiente tabla

Tabla 1: tiempos de disolución en segundos (seg)

Compuesto	Observaciones	Tiempo de disolución (seg)
Lactato de zinc cristalino disponible comercialmente (partículas finas)	PURAMEX ZnL FINE®	225-395
Partículas de lactato de zinc secadas por pulverización (1)	0 % de cristalinidad	5-50
Lactato de zinc secado por pulverización (suspensión ZnL HP100-CL-NoFR-120)	30 % de cristalinidad	75-85
Lactato de magnesio disponible comercialmente	PURAMEX MgL ®	342,5
Lactato de magnesio secado por pulverización(2)		172,5

Como el artesano en el campo de los polvos conoce, el tiempo de disolución depende del tamaño de partícula y distribución por tamaño de partícula. Los tiempos de disolución medidos varían, por lo tanto, entre polvos con un tiempo de disolución de 5 segundos a polvos con un tiempo de disolución de aproximadamente 50 segundos.

(1) Estas partículas de lactato de zinc fueron constituidas mediante el secado por pulverización de la solución que comprende el 16 % en peso del lactato de zinc de acuerdo con el segundo ejemplo de lactato de zinc secado por pulverización que se describe anteriormente.

- 5 (2) Estas partículas de lactato de magnesio fueron constituidas mediante el secado por pulverización del 30 % en peso de la corriente de alimentación de lactato de magnesio de acuerdo con el segundo ejemplo de lactato de magnesio secado por pulverización que se describe anteriormente.

Medición del índice de Hausner, compresibilidad, el ángulo de reposo y el ángulo de espátula

- 10 Estas son todas mediciones estándares que se describen en diversos textos y manuales de polvos y sus propiedades. Las diversas mediciones se realizaron utilizando un Micron Powder Characteristics Tester™ (Modelo PT-N) de Hosokawa Micron International Inc.

- 15 El índice de Hausner se determinó por medición de la densidad aparente compactada y no compactada (o aireada). La compresibilidad se determina además mediante la medición de la densidad compactada o empaquetada y no compactada. El ángulo de reposo se determina mediante la medición del ángulo de un cono de polvo que se forma mediante el vertido del polvo a través de un embudo de vidrio. El ángulo de espátula se determina mediante la medición de la diferencia en el ángulo de polvo – que permanece por detrás en un espátula cuando un contenedor con dicha espátula en la parte de abajo del mismo y relleno con dicho polvo se baja y la espátula permanece en la misma altura – y el ángulo del polvo en dicha espátula después de que la espátula se compacta mediante un peso.

- 20 Los resultados se resumen en la siguiente Tabla.

Tabla 2: Propiedades medidas de los polvos de lactato de cinc (ZnL) obtenidos mediante secado por pulverización y de lactato de cinc disponible comercialmente

Muestra	Densidad aparente aireada (kg m ⁻³)	Densidad aparente compactada (kg m ⁻³)	Índice de Hausner	Clase Carr	Compresibilidad (%) [índice]		Ángulo de reposo (°) [índice]		Ángulo de espátula (°) [índice]		Uniformidad [índice]		Índice de fluidez	
Suspensión ZnL SC06-CL-NoFR-100	911	1065	1,17	Bueno	14,46	21	36	19,5	55	16	5,32	22,5	79	Bueno
Suspensión ZnL SC06-CL-NoFR-100	556	633	1,14	Bueno	12,16	22	37	18	34	21	1,99	23	84	Relativamente bueno
Suspensión ZnL SC06-CL-NoFR-100	916	1084	1,18	Bueno	15,50	20	38	18	56	16	4,94	22,5	76,5	Bueno
Suspensión ZnL SC06-CL-NoFR-100	805	878	1,09	Excelente	8,31	23	37	18	43	18	3,19	23	82	Relativamente bueno
Puramex Zn® ZnL disponible comercialmente	828	1189	1,44	Muy pobre	30,36	12	63	7	88	7	10,15	18	44	No bueno
Puramex Zn/Fine® ZnL disponible comercialmente	458	921	2,01	Muy muy pobre	50,27	0	56	9,5	89	7	10,88	18	34,5	Malo

La Tabla 3 muestra los valores medidos para los diversos parámetros de lactato de magnesio constituido mediante cristalización (lactato de magnesio PURAMEX MgL® disponible comercialmente) y lactato de magnesio secado por pulverización mediante el procedimiento de acuerdo con la presente invención.

5

Tabla 3: Propiedades medidas de los polvos de lactato de magnesio (MgL)

Muestra	Densidad aparente aireada (kg m^{-3})	Densidad aparente compactada (kg m^{-3})	Índice de Hausner	Clase Carr	Compresibilidad (%)		Ángulo de reposo (°) [índice]		Ángulo de espátula (°)		Uniformidad [índice]		Índice de fluidez	
					[índice]				[índice]					
MgL disponible comercialmente	600	971	1,62	Muy, muy pobre	38,21	4,5	48	12	82	7	14,5	20	43,5	No bueno
MgL secado por pulverización	574	648	1,13	Buena	11,42	22	39	18	38	20	12,2	20	80	Bueno

La "Clase Carr" es un índice o escala conocido (R.I. Carr, 1965, Evaluation of flow properties of solids) que se basa en la compactación y se usa para comparar las propiedades de fluidez de diversos polvos entre ellos. Las expresiones "bueno" y "relativamente bueno" en esta escala indican que los polvos de lactato de zinc y magnesio de la presente invención son muy buenos con respecto al flujo libre en contraste con los polvos de lactato de zinc y magnesio disponibles comercialmente. Indica además que en el manejo y transporte de los polvos, por ejemplo, embalados en bolsas grandes, los polvos no se comprimen significativamente. Como una consecuencia de ello, las bolsas grandes no se encuentran de repente "medio vacías" cuando llegan a manos del cliente.

Fluidez

La fluidez puede expresarse además mediante la medición del caudal dinámico, que es también un procedimiento estandarizado bien conocido. El caudal dinámico se mide mediante medición del tiempo para 600 ml de producto de polvo que fluyen a través de un tubo de un orificio de 2 cm. Un caudal dinámico de 50 o superior y preferentemente de 70 o 80 ml/s o superior resulta aceptable en cuanto a que el polvo resulta adecuado para el manejo normal y las actividades de transporte. Cuanto más alta es el caudal dinámico, más fáciles y más eficientes resultarán el manejo y el transporte del polvo, en cuanto al tiempo y las pérdidas de polvo que permanece por detrás.

El caudal dinámico se midió para ser de 111,5 ml/s para la suspensión ZnL SC10-CL- FR-120. El caudal dinámico del lactato de zinc disponible comercialmente (Puramex ZN Fines®) no pudo medirse ya que el lactato de zinc tapaba la apertura del tubo.

Comportamiento de compactación

La diferencia en el comportamiento de compactación del lactato de magnesio producido mediante el procedimiento de secado por pulverización de acuerdo con la presente invención y el del lactato de magnesio disponible comercialmente constituido mediante cristalización se determinó mediante dos mediciones diferentes.

Los comprimidos fueron constituidos de los polvos mencionados anteriormente y para obtener comprimidos de diferente fuerza, los polvos se comprimieron con diferentes fuerzas de compresión, a saber 3 kN, 4 kN y 5 kN. Para el proceso de formación de comprimidos se usaron una máquina Instron® y un molde cilíndrico con un diámetro de 10 mm. La fuerza de estos comprimidos se midió mediante la medición de la fuerza de fractura dinámica (DFS). Se mide con un Texture Analyser® usando una celda de carga de 5 kg. La presión de compresión se cargó en un comprimido cilíndrico, se posicionó a su lado. Se mide la fuerza a partir de que aparece la primera fractura. Los resultados se expresan como la fuerza en la falla y se tabulan en la Tabla 4.

Tabla 4: Fuerzas de fracturas dinámicas (DFS) como una función de la fuerza de compresión del lactato de magnesio disponible comercialmente (MgL) y del lactato de magnesio secado por pulverización (MgL) que se obtiene mediante el procedimiento de acuerdo a la presente invención.

Muestra	Fuerza de compresión [kN]	DFS [kPa]
MgL secado por pulverización	3	6
	3	5,77
MgL secado por pulverización	4	7,02
	4	8,57
MgL secado por pulverización	5	9,91
	5	10,49
MgL disponible comercialmente	3	1,23
	3	1,63
MgL disponible comercialmente	5	2,8
	5	2,67

Los resultados en la Tabla muestran que los comprimidos constituidos de lactato de magnesio que fueron obtenidos mediante el procedimiento de secado por pulverización de acuerdo con la presente invención tiene una fuerza de fractura dinámica más alta mientras sean constituidos bajo la misma fuerza de compactación en comparación con los comprimidos constituidos de lactato de magnesio Puramex Mg® disponible comercialmente a partir de Purac Biochem B.V... Los comprimidos constituidos de los polvos de la presente invención son, por lo tanto, más fuertes. Se necesita una fuerza mayor para romper dichos comprimidos.

La fuerza del polvo disponible comercialmente y del polvo que se obtiene mediante el procedimiento de acuerdo con la presente invención se midió mediante la prueba de Kawakita bien conocida (ref. M. Celik, Overview of compaction data analysis techniques, Drug development and industrial pharmacy 18 (1992) 767). En esta prueba, la fuerza de los polvos se miden mediante la aplicación de una fuerza de compresión en los polvos con diferentes alturas de lecho de polvo de 100, 200 y 300 mg respectivamente. Esto se midió utilizando una máquina Instron® y el mismo molde que para las pruebas de formación de comprimidos que se describieron anteriormente, en las que la fuerza de compactación máxima se estableció en 5 Kn.

Durante esta prueba, se obtiene la fuerza de compresión como una función del desplazamiento del lecho. A partir de esta curva, se calculan el límite elástico del polvo y de una sola capa de polvo.

Tabla 5: Valores de límite elástico (tau) para las diferentes alturas de lecho de polvo (h) del lactato de magnesio disponible comercialmente (MgL) y del lactato de magnesio secado por pulverización (MgL) que se obtiene mediante el procedimiento de acuerdo con la presente invención.

MgL disponible comercialmente		MgL secado por pulverización	
h [mm]	tau [kPa]	h [mm]	tau [kPa]
0	339	0	247
2,2	2371	2,2	2222
4,7	4203	4,7	3226
5,8	5725	6,5	5719

El valor de límite elástico más bajo del polvo de lactato de magnesio secado por pulverización de la presente invención indica mejores propiedades de compactación de este material en comparación con el lactato de magnesio Puramex Mg® disponible comercialmente a partir de Purac Biochem B.V.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación de un producto de lactato metálico, en el que el lactato metálico es lactato de zinc o lactato de magnesio, que comprende un proceso de secado por pulverización, en el que una solución o suspensión que comprende el 10-70 % en peso del lactato metálico se atomiza a gotas y las gotas se ponen en contacto con gas caliente que tiene una temperatura de entre 100 y 300 grados Celsius lo que da como resultado la formación de partículas sólidas de lactato metálico secado por pulverización seguido de la separación de las partículas sólidas a partir del gas.
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el gas caliente es aire a presión reducida.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que el gas caliente tiene una presión de entre 0,990 y 1 bar.
4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, 2 o 3, en el que la solución o suspensión se atomiza por medio de la aplicación de aire comprimido o vapor y el uso de una boquilla de dos fluidos o por medio de la aplicación de una presión de entre 80 a 250 bar en combinación con el uso de una boquilla de alta presión.
5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la solución o suspensión comprende lactato de zinc y se atomiza por medio de la aplicación de una boquilla de alta presión a una presión de entre 80 a 250 bar.
6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, 2, 3 o 4, en el que la solución de lactato metálico comprende 10 a 45 % en peso del lactato metálico
7. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la solución o suspensión que comprende el lactato metálico se trata previamente, en el que dicho pretratamiento comprende la reacción de ácido láctico con un óxido metálico o hidróxido metálico en un medio acuoso para obtener una solución de lactato metálico sobresaturada.
8. Un polvo de lactato de zinc o magnesio secado por pulverización obtenido mediante el procedimiento según se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
9. El polvo de lactato de zinc o magnesio secado por pulverización de la reivindicación 8, que tiene un índice de Hausner menor a 1,15.
10. El polvo de lactato de zinc o magnesio secado por pulverización de la reivindicación 8 o reivindicación 9 que tiene un caudal dinámico de al menos 50 ml/s.
11. El polvo de lactato de zinc o magnesio secado por pulverización de una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, que tiene un tiempo de disolución menor a 100 segundos para el 1 % en peso del lactato metálico en agua a temperatura ambiente.
12. Comprimidos que comprenden polvo de lactato de zinc o magnesio secado por pulverización de una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11.
13. Uso de polvo de lactato de zinc o magnesio secado por pulverización de una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, en aplicaciones de productos de cuidado personal, cosmético, dental, o técnico.
14. Un producto de cuidado personal, cosmético, dental, o técnico que comprende el polvo de lactato de zinc o magnesio secado por pulverización de una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11.
15. Uso del polvo de lactato de zinc o magnesio secado por pulverización de una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11 en productos alimenticios o para beber.

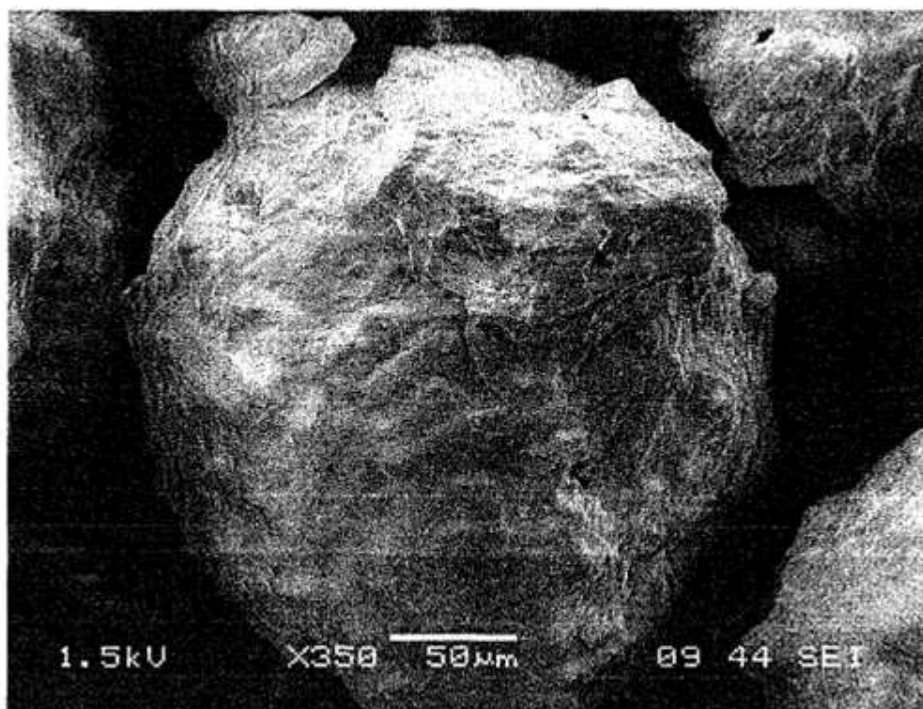


Figura 1: Imagen SEM obtenida mediante la técnica de microscopio electrónico de barrido del polvo de lactato de magnesio secado por pulverización de acuerdo con la presente invención.

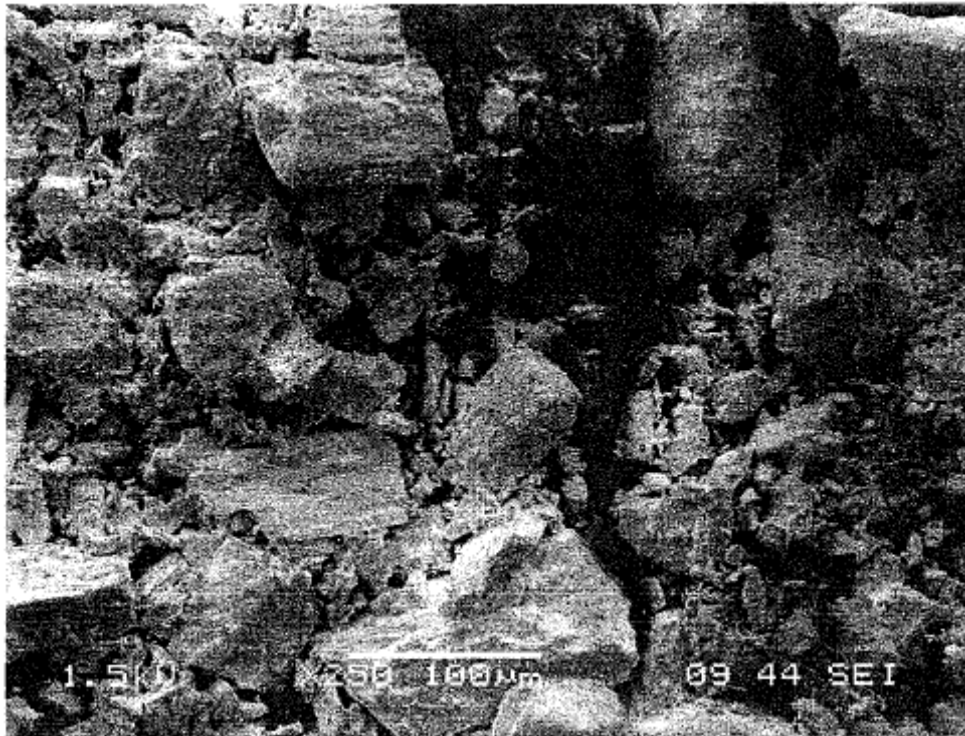


Figura 2: Imagen SEM del polvo de lactato de magnesio disponible comercialmente

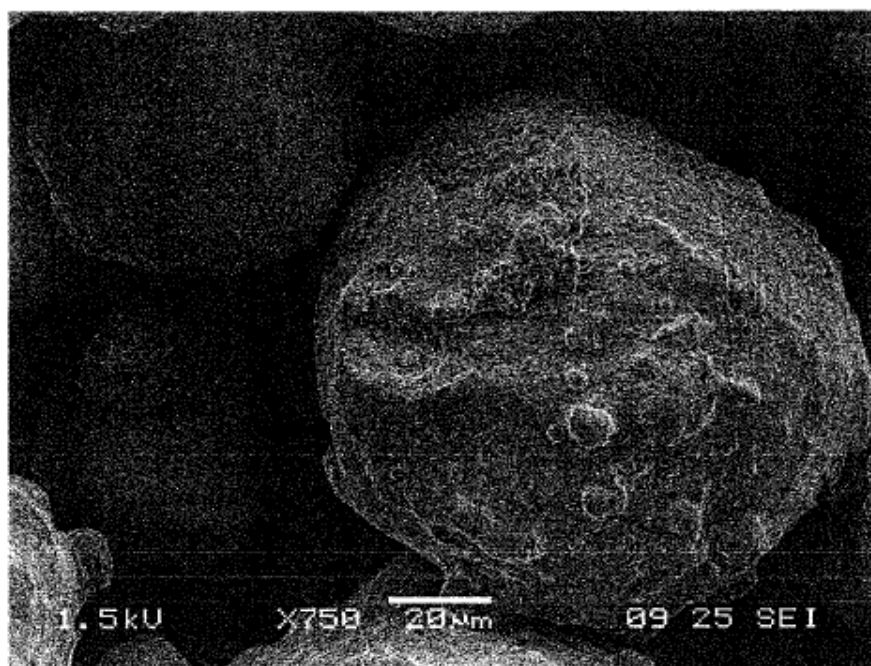


Figura 3: Imagen SEM obtenida mediante la técnica de microscopio electrónico de barrido del polvo de lactato de zinc secado por pulverización de acuerdo con la presente invención (muestra Suspensión-Znl sc10-CL-FR-120).

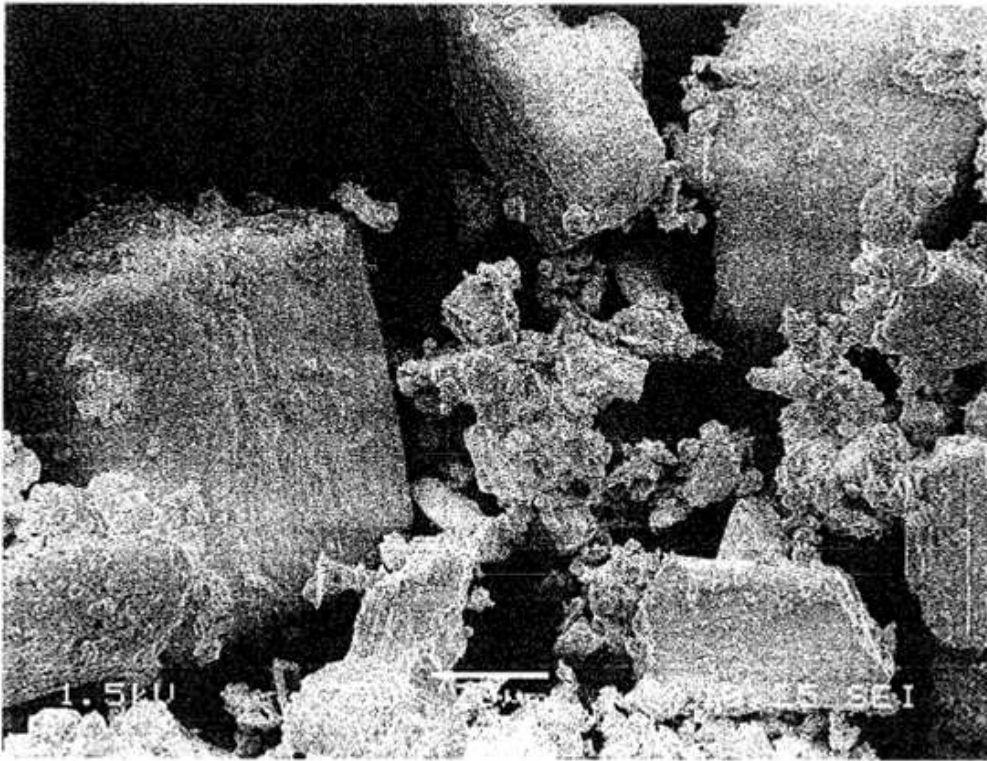


Figura 4: Imagen SEM del polvo de lactato de zinc disponible comercialmente (PURAMEX ZnL®; x750).