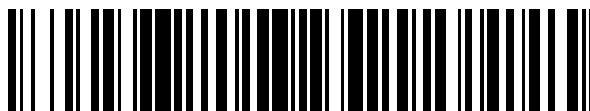


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 560 516**

51 Int. Cl.:

A61L 9/04 (2006.01)

A61L 9/012 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.01.2009** **E 09700370 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.12.2015** **EP 2247318**

54 Título: **Gel anhidro transparente que comprende perfume**

30 Prioridad:

04.01.2008 EP 08300007

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
19.02.2016

73 Titular/es:

V. MANE FILS (100.0%)
620, route de Grasse
06620 Bar sur Loup, FR

72 Inventor/es:

STALET, GILLES y
MANE, JEAN

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 560 516 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

Gel anhidro transparente que comprende perfume

La presente invención está relacionada con un gel anhidro transparente que comprende sustancia(s) volátil(es), en particular perfume, y sustancia(s) no volátiles, en particular una red de silicona reticulada, que no comprende carga o agente de refuerzo. La invención está relacionada también con un producto que comprende el gel incluido en un recipiente, un método de producción del gel, el uso del gel para liberación controlada de perfume en la atmósfera, un kit y el uso del kit para formar el gel.

Son conocidos diversos dispositivos para perfumar la atmósfera. Tales dispositivos pueden simplemente dar fragancia al aire o se pueden usar para enmascarar malos olores. Se han propuesto muchos tipos diferentes de dispositivos refrescantes del aire. Algunos de ellos están basados en elastómeros de silicona que son permeables a gases.

Los dispositivos perfumantes generalmente necesitan la liberación controlada y sustancialmente uniforme de una sustancia orgánica volátil tal como un perfume a un amplio intervalo de temperaturas de trabajo.

En la patente europea EP 1 060 751 se describe un dispositivo particular para proporcionar el indicado artículo necesario. Este dispositivo comprende un artículo para la liberación controlada y sustancialmente uniforme de una sustancia orgánica activa volátil en la atmósfera del entorno, artículo que incluye una matriz de elastómero silicónico de forma deseada en la que está dispersada la mencionada sustancia volátil.

Sin embargo, el artículo descrito en el documento EP 1 060 751 comprende una cantidad limitada de perfume (perfume + disolvente entre 1 y 40% de la composición) que no permite un uso duradero del dispositivo para perfumar, por ejemplo, una habitación grande, ni tampoco permite una forma muy compacta del dispositivo. Además, el artículo descrito en el documento EP 1 060 751 no puede ser formado extemporáneamente. Esto es, una vez formado el artículo comienza a liberarse en la atmósfera la composición de fragancia y a complicarse la conservación del artículo durante un tiempo largo con una cantidad aceptable de perfume, a no ser que se haga un envase hermético eficaz (y por ello, caro) para el artículo.

Además, la composición del artículo descrito en el documento EP 1 060 751 no permite obtener un producto transparente, sino que produce un artículo opaco, que es menos atractivo para los consumidores por razones estéticas.

La publicación de patente US2004/0169091 da a conocer un gel perfumado opcionalmente transmisor de la luz.

Hay así necesidad de un dispositivo para perfumar la atmósfera, que permita la liberación uniforme de perfume, que tenga un uso de larga duración para perfumar y/o pueda tener forma compacta con una capacidad perfumante aceptable, y que sea transparente.

La invención tiene el propósito de satisfacer esta necesidad.

Un objetivo de la presente invención es por ello un gel anhidro transparente que comprende sustancia(s) volátil(es) y sustancia(s) no volátil(es), caracterizado por que la(s) mencionada(s) sustancia(s) no volátil(es) comprendan de 3,8% a 100% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de una red de silicona reticulada y de 0 a 96,2% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de un disolvente no volátil, comprendiendo las mencionadas sustancia(s) volátil(es) de 20,6 a 100% (en peso de sustancia(s) volátil(es)) de perfume y de 0 a 80% (en peso de sustancia(s) volátil(es)) de disolvente volátil, siendo la relación de sustancia volátil/red de silicona reticulada de entre 1 y 32, no comprendiendo el mencionado gel anhidro transparente carga o agente de refuerzo.

Se entiende por el término "transparente" un gel con una turbidez de menos de 40 NTU (unidades nefelométricas de turbidez) a 25°C, medida usando un turbidímetro. "Transparente" de acuerdo con la presente invención no significa "sin color". Así, un gel transparente puede ser un gel transparente y coloreado.

En una realización preferida de la invención, la turbidez del gel es inferior a 20 NTU, más preferiblemente inferior a 12 NTU y, muy preferiblemente, inferior a 8 NTU.

NTU (unidades nefelométricas de turbidez) es la unidad usada para describir la turbidez. Cuanto mayor es la dispersión, más alta es la turbidez. Por tanto, unos valores de NTU bajos indican una claridad alta, mientras que valores altos de NTU indican baja claridad.

El método para medir la turbidez con un turbidímetro está basado en la comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra en condiciones definidas con la intensidad de la luz dispersada por una suspensión patrón de referencia, que normalmente es agua exenta de turbidez (agua destilada o destilada al paso a través de un filtro de membrana de un tamaño de poro de 0,45 µm).

- El turbidímetro consiste en un nefelómetro con una fuente de luz para iluminar la muestra y uno o varios detectores fotoeléctricos con un dispositivo de lectura para indicar la intensidad de la luz dispersada a ángulos rectos respecto a la trayectoria de la luz incidente, El turbidímetro debe estar diseñado de forma que la poca luz desviada alcance el detector en ausencia de turbidez y debe estar exento de un desplazamiento significativo después de un período de calentamiento corto.
- La sensibilidad del instrumento debe permitir preferiblemente la detección de una diferencia de turbidez de 0,02 unidades o menos en aguas que tienen una turbidez inferior a 1 unidad. El instrumento debe medir de 0 a 40 unidades de turbidez. Serán necesarios varios intervalos para obtener una cobertura adecuada y una sensibilidad suficiente para turbideces bajas.
- Los tubos de muestra a usar con el instrumento de que se dispone deben ser de vidrio claro, incoloro. Deben mantenerse escrupulosamente limpios tanto en el interior como en el exterior y se deben desechar cuando están rayados o químicamente atacados. No se deben manipular de forma alguna cuando incide la luz sobre ellos, pero deben tener una longitud adicional suficiente, o tener un protector de manera que se puedan manipular.
- Las diferencias en el diseño físico de los turbidímetros causarán diferencias en los valores medidos de la turbidez incluso aunque para la calibración se use la misma suspensión. Para minimizar tales diferencias deben observarse los criterios de diseño siguientes:
- Fuente de luz. Lámpara de wolframio que opera a una temperatura de color entre 2200-3000°K.
 - Distancia atravesada por luz incidente y luz dispersada dentro del tubo de muestra: Total no más de 10 cm.
 - Detector: Centrado a 90° de la trayectoria de luz incidente y sin exceder $\pm 30^\circ\text{C}$ de 90°C. El detector y el sistema de filtración si se usa deben tener una respuesta del pico espectral entre 400 y 600 nm.
- El turbidímetro, modelo 2100 y 2100 A, de la compañía Hach, se usa ampliamente y se ha encontrado que es fiable; sin embargo, son aceptables otros instrumentos que satisfacen los anteriores criterios de diseño, por ejemplo, el Turbi-direct® comercializado por la compañía Aqua lytic.
- El término “anhidro” significa “sin agua”; describe un gel en el que no está presente agua en forma de un hidrato o agua de cristalización.
- El término “gel” significa una composición elástica homogénea con una resistencia mecánica del gel relativa de menos de 20 g/mm, preferiblemente menos de 10 g/mm. La resistencia relativa del gel se mide a 25°C usando un texturímetro.
- Por ejemplo, se puede usar el Texturímetro TA-XT de la compañía RHEO al modo “medir fuerza en compresión”.
- Seguidamente se describe un método de medición de la resistencia relativa del gel:
- La resistencia del gel se mide en una muestra de 20 g en un recipiente de vidrio en el que un sensor de presión con una velocidad definida cae a una profundidad pequeña en el gel.
- Después de alcanzar una fuerza de disparo de 5 g, la muestra procede a penetrar en el gel a una profundidad de 5 mm. A esta profundidad se obtiene la lectura de la fuerza máxima.
- Se mide la pendiente del empuje del gel sobre la muestra para obtener un valor gramo/segundo o gramo/mm.
- Se calcula la pendiente media de la curva ascendente dividiendo la fuerza máxima por la distancia máxima, que da la resistencia relativa del gel.
- Ha de señalarse que si el gel es demasiado débil, puede ser necesario disminuir la fuerza de disparo a 1 g.
- El término “sustancia(s) volátil(es)” significa sustancia(s) que se evaporan a una temperatura por encima de 25°C.
- De acuerdo con la presente invención, sustancias volátil(es) comprende(n) como mínimo perfume. Puede(n) comprender opcionalmente disolvente volátil y otras sustancias volátiles tales como insecticida o un repelente de insectos.
- El perfume se puede seleccionar entre un gran número de compuestos odoríferos. El perfume de acuerdo con la invención puede ser un perfume o una combinación de varios compuestos odoríferos. Son ejemplos limitativos de estos las sustancias que corresponden a las familias siguientes:
- hidrocarburos aromáticos, terpeno y/o sesquiterpeno, en particular aceites esenciales que contienen estas moléculas y, más en particular, aceites esenciales de frutas cítricas (limón, naranja, pomelo, bergamota), nuez

moscada, etc.,

- alcoholes aromáticos y más en particular alcohol bencílico, alcohol feniletílico y alcohol fenilpropílico,

5 - alcoholes no aromáticos cíclicos o acíclicos, saturados o no saturados, primarios, secundarios o terciarios y, más en particular. linalol, citronelol, geraniol, nerol, dihidromircenol, terpineol y alcoholes grasos alicíclicos cuya cadena contiene de 4 a 10 átomos de carbono,

- aldehídos y más en particular aldehídos grasos alicíclicos saturados e insaturados cuya cadena de carbono contiene de 4 a 12 átomos de carbono, aldehídos aromáticos tales como cinamaldehído, alfa-amilcinamaldehído y alfa-hexilcinamaldehído, lilial y aldehídos aromáticos fenólicos tales como vanillina y etilvanillina,

- fenoles y más en particular fenoles aromáticos tales como eugenol e isoeugenol, así como sus metiléteres,

10 - ésteres de ácidos carboxílicos, en particular ésteres acéticos de alcohol bencílico, geraniol, citronelol, nerol, terpineol, borneol o linalol,

- ésteres de ácidos aromáticos tales como benzoatos y salicilatos, así como cinamatos esterificados con alcoholes de series alifáticas que contienen una cadena de 1 a 6 átomos de carbono,

- ácidos de fenoles aromáticos principalmente en su forma aromática/lactona, tal como cumarina y dihidrocumarina,

15 - ácidos de alcohol carboxílicos en su forma de lactona y, más en particular, las gama octa-, gama undeca- y gama dodeca-lactonas, y las delta deca-, delta undeca- y delta-dodeca- lactonas en su forma saturada o insaturada,

- compuestos macrocíclicos en los que la cadena de carbono contiene de 12 a 16 átomos de carbono,

20 - éteres y acetales aromáticos y/o no aromáticos en su forma acíclica o cíclica y, más en particular aldehído acetales que contienen una cadena de carbono de 4 a 10 átomos de carbono, así como furano sustituido y éteres cíclicos de pirano sustituidos o no sustituidos,

- compuestos heterocíclicos que contienen un átomo de nitrógeno y, más en particular, derivados de indol así como compuestos heterocíclicos que contienen 2 átomos de nitrógeno y, más en particular, los de la serie de pirazina,

- cetonas, en particular cetonas aromáticas tales como 4-(p-hidroxifenil)-2-butanona y cetonas no aromáticas cíclicas o acíclicas, saturadas o insaturadas y, más en particular, las de la serie de pirazina,

25 - sulfuros, disulfuros y mercaptanos aromáticos o no aromáticos.

El perfume puede consistir en un compuesto odorífero individual o una mezcla de tales compuestos.

Se ha encontrado que son particularmente adecuados los perfumes de hespéridas, florales y de frutas.

30 En una realización preferida de la invención, el mencionado perfume es como mínimo un componente seleccionado entre el grupo que comprende hidrocarburos aromáticos, terpénicos y/o sesquiterpénicos, alcoholes aromáticos; alcoholes no aromáticos primarios, secundarios o terciarios, saturados o insaturados, cíclicos o acíclicos; aldehídos; fenoles; ácidos carboxílicos; éteres aromáticos y/o no aromáticos y acetales en su forma acíclica o cíclica; heterociclos que contienen un átomo de nitrógeno; cetonas, sulfuros, disulfuros y mercaptanos aromáticos o no aromáticos, aceites esenciales y combinaciones de los mismos.

35 El disolvente volátil se puede escoger entre un gran número de disolventes y puede ser uno o una combinación de varios disolventes. Son ejemplos no limitativos de estos las sustancias que pertenecen a las familias siguientes: disolventes isoparafínicos (punto de inflamación de 40 a 100°C), alcanos de bajo peso molecular, disolventes apolares.

40 En una realización preferida de la invención, el disolvente volátil es un disolvente o varios disolventes seleccionados del grupo que comprende isoparafina C₇ a C₁₂, silicona volátil, hexametildisiloxano, octametiltrisiloxano, decametiltetrasiloxano, octametilciclotetrasiloxano, decametilciclopentasiloxano, dodecametilciclohexasiloxano.

Más preferiblemente, el disolvente volátil es isoparafina C₁₀₋₁₂.

Son ejemplos comerciales de isoparafinas volátiles ISOPAR C® a ISOPAR P® de la compañía EXXON CHEMICAL, con un punto de inflamación de 40 a 100°C.

45 El término "sustancia(s) no volátil(es)" significa sustancia(s) que no se evapora(n) a una temperatura superior a 25°C. El disolvente no volátil se puede seleccionar entre un gran número de disolventes y puede ser un disolvente o una combinación de diferentes disolventes. En una realización preferida de la invención, el disolvente no volátil es

como mínimo un disolvente seleccionado entre el grupo que comprende:

- un aceite mineral, preferiblemente vaselina;
- un éster de ácido graso seleccionado entre el grupo que comprende oleato de isobutilo, oleato de isopropilo, miristato de butilo, adipato de diisopropilo (DIPA), miristato de isopropilo (IPM), preferiblemente DIPA o IPM;

5 - isoparafinas C_{13} a C_{40} ;

- parafinas líquidas;

- vaselina blanca y

combinaciones de las mismas.

Son ejemplos comerciales de aceites minerales Ecolane®60 o Ecolane®130.

10 Son ejemplos comerciales de isoparafinas ISOPAR V® de la compañía EXXON CHEMICAL.

El término "red de silicona reticulada" significa una resina de silicona formada por oligosiloxanos con estructura de tipo jaula, ramificados, de la fórmula general $R_nSiX_mO_y$, en la que R es un sustituyente no reactivo, usualmente Me o Ph y X es un grupo funcional H, OH, Cl o OR. Estos grupos se condensan adicionalmente en muchas aplicaciones para que resulten redes de polisiloxano insolubles altamente reticuladas. Cuando R es metilo, las cuatro unidades monoméricas con el grupo funcional siloxano posibles son Me_3SiO , Me_2SiO_2 , $MeSiO_3$ y SiO_4 .

15 La red de silicona reticulada de acuerdo con la presente invención se obtiene por reacción de una composición de silicona reticulable, con un agente de reticulación, preferiblemente en presencia de un catalizador.

La composición de silicona reticulable se puede seleccionar entre varios tipos conocidos en la técnica. Las composiciones de silicona reticulables que se prefieren son las obtenidas a partir de composiciones de silicona reticulables que curan a temperatura ambiente (conocidas como composiciones "RTV"), por ejemplo, debido al efecto de la humedad ambiente. El término "temperatura ambiente" significa una temperatura comprendida entre 20 y 30°C, preferiblemente 25°C. Estas resinas RTV son bien conocidas en la técnica y están disponibles comercialmente gracias a muchos suministradores. Típicamente se envasan en dos partes, a saber, una base de silicona reticulable y un agente de reticulación, que se mezclan entre sí al usarlas, por ejemplo, en un molde. Son también adecuadas las composiciones de silicona reticulables que pueden curar por efecto del calentamiento o la radiación, dado que son composiciones curables en dos o incluso tres partes reactivas.

De hecho, las composiciones de silicona reticulables de los tipos siguientes son adecuadas para la preparación del gel de la presente invención: composiciones de silicona reticulables del tipo de reacción de hidrosililación, composiciones reticulables del tipo de reacción de condensación, composiciones cuya reticulación es promovida por un peróxido orgánico y composiciones reticulables por efecto de la radiación ultravioleta.

30 Las composiciones de silicona reticulables del tipo de reacción de hidrosililación son muy adecuadas.

Por ejemplo, una composición de silicona reticulable del tipo de hidrosililación puede consistir como mínimo en los componentes siguientes; un organopolisiloxano con al menos dos grupos alqueno en una molécula, un organopolisiloxano con al menos dos átomos de hidrógeno unidos por silicona en una molécula, y un catalizador de tipo platino.

Una composición de silicona reticulable de tipo reacción de condensación puede consistir como mínimo, por ejemplo, en los componentes siguientes: un organo polisiloxano que tiene en una molécula grupos hidroxilo unidos a átomos de silicio o al menos dos grupos hidrolizables tales como grupos aminoxi, grupos acetoxi, grupos oxima, grupos alcoxi o grupos hidroxilo unidos a átomos de silicio; un agente de reticulación de tipo silano que tiene en una molécula al menos tres grupos hidrolizables, tales como grupos aminoxi, grupos acetoxi, grupos oxima o grupos alcoxi unidos a átomos de silicio; y un catalizador de reacción de condensación tal como un compuesto organoestaño, un compuesto organotitanio o similar.

Muy preferiblemente, es una composición de silicona reticulable del tipo de reacción de condensación de desalcoholización que consiste en al menos un organopolisiloxano que tiene en una molécula al menos dos grupos hidroxilo o grupos alcoxi unidos a silicio, un agente de reticulación de tipo silano que tiene en una molécula al menos tres grupos alcoxi unidos a silicio, y un catalizador de reacción de condensación tal como un compuesto organoestaño, un compuesto organotitanio o similar.

Los compuestos antes mencionados se pueden combinar adicionalmente con los componentes siguientes: 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano, 3-glicidoxipropilmetildimetoxisilano, 2-(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetoxisilano, 3-

metacriloxipropiltrimetoxisilano, 3- metacriloxipropiltriethoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropil trimetoxisilano o un alcóxido silano funcional orgánico similar.

5 Según la presente invención, se prefieren las composiciones de silicona reticulables de un tipo de reacción de hidrosilación. En particular, las siliconas reticulables de acuerdo con la presente invención son polímeros de silicona funcionalizados. En una realización preferida de la invención, la función de dichos polímeros de silicona funcionalizados se selecciona entre el grupo que comprende grupo vinilo, grupo alilo, grupo acrílico, grupo hidroxilo y grupo Si-H.

10 En una realización preferida de la presente invención, los mencionados polímeros de silicona funcionalizados se selecciona entre el grupo que comprende polidimetilsiloxano bloqueado terminalmente con hidroxilo, preferiblemente con una viscosidad comprendida entre 40 y 3 000 000 mm²/s. En una realización preferida de la invención el agente de reticulación es tetraalcóxido silano o silano.

En una realización preferida de la invención el catalizador es titanio, platino o estaño, preferiblemente estaño.

En una realización preferida de la invención la relación ponderal de sustancia volátil/red de silicona reticulada es de entre 7 y 22.

15 El término "carga" o "agente de refuerzo" significa una sustancia que aumenta la tenacidad, la resistencia a la abrasión, la resistencia al desgarro y la resistencia mecánica del gel cuando se añade en cantidades sustanciales. Polvos finamente divididos tales como negro de carbón, óxido de zinc, carbonato cálcico y sílice aumentan mucho estas propiedades en caucho de silicio y otros elastómeros, y permiten obtener en particular una composición similar a una pieza de gel, que es lo contrario del objetivo de la presente invención.

20 En una realización preferida de la invención, sustancia(s) no volátil(es) comprenden también de 0 a 2% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de como mínimo un compuesto que es no volátil, soluble en sustancia(s) volátil(es) y no soluble en los polímeros de silicona funcionalizada usados para la preparación del gel y que será reticulada por un agente de gelificación para obtener los indicados polímeros de silicona reticulada, y combinaciones de los mismos.

25 Más preferiblemente, el mencionado compuesto se selecciona entre el grupo que comprende dipropilenglicol, propilenglicol, benzoato de bencilo, ftalato de dietilo, citrato de trietilo, preferiblemente dipropilenglicol o citrato de trietilo. La finalidad del mencionado compuesto es transformar el gel en opaco cuando se evapora la totalidad de las sustancias volátiles del gel. Es la señal para el consumidor de que el gel ya no es eficaz para perfumar la atmósfera y que debe cambiarse.

30 En una realización preferida de la invención, la(s) sustancia(s) no volátil(es) comprenden también de 0 a 1% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de un agente colorante.

En una realización preferida de la invención, el gel anhidro transparente comprende:

perfume, de 20% a 96,975%, preferiblemente de 20 a 59%, más preferiblemente, de 29 a 59%, aún más preferiblemente de 39 a 59%.

red de silicona reticulada, de 3,025% a 18,5%, preferiblemente de 8 a 13%

35 disolvente volátil, de 0 a 76,975%, preferiblemente de 29 a 68%

disolvente no volátil, de 0 a 76.975%

De acuerdo con la presente invención, un ejemplo preferente de gel anhidro transparente consiste en:

polímero de silicona funcionalizada (en particular polidimetilsiloxano bloqueada terminalmente con hidroxilo) = 8,28%

disolvente volátil (en particular isoparafina ISOPAR G) = 50,84%

40 perfume = 39,41%

agente de gelificación (tetraetoxisilano = 73%; dilaurato de dibutilestano = 27%) = 1,48%

agente colorante (en particular Black Dye liposoluble) = 0,001%.

Se pesa y mezcla en un tanque de mezcla grande hasta homogeneidad, luego se envasa en recipientes individuales antes de que se produzca gelificación. Los parámetros de este gel son:

45 Transparencia = 6,90 NTU

Resistencia a compresión = 1,3 g/mm.

Un segundo objetivo de la presente invención es un producto que comprende un gel anhidro transparente de acuerdo con la invención incluido en un recipiente.

5 El término "incluido en un recipiente" significa que el gel no es una composición de una pieza similar a un gel, que se puede considerar como un sólido, sino un gel con una resistencia mecánica inferior a 20 g/mm, preferiblemente inferior a 10 g/mm, que es necesario que esté en un envase para almacenar o usar.

El recipiente puede ser, por ejemplo, de plástico o vidrio, de diferentes formas o tamaños, con un dispositivo para abrirlo, con el fin de exponer la superficie del gel a la atmósfera para perfumarla.

10 Un tercer objetivo de la presente invención es un método de producción de un gel anhidro transparente de acuerdo con la invención, caracterizado por que comprende las etapas siguientes:

15 (a) mezclar sustancia(s) volátil(es) y sustancia(s) no volátil(es), sustancias no volátil(es) que comprende(n) de 3,77% a 100% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de polímero de silicona funcionalizada y de 0 a 96,23% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de un disolvente no volátil, comprendiendo la(s) mencionada(s) sustancia(s) volátil(es) de 20,6 a 100% (en peso de sustancia(s) volátil(es)) de perfume y de 0 a 80% (en peso de sustancia(s) volátil(es)) de disolvente volátil, y siendo la relación sustancia volátil/polímeros de silicona funcionalizada de entre 1 y 32;

(b) añadir un agente de gelificación a la mezcla obtenida después de la etapa (a), agente de gelificación que es de 0,025 a 3,5% en peso de la mezcla obtenida después de la etapa (a);

no añadiéndose carga o agente de refuerzo en la etapa (a) o (b).

20 En una realización preferida de la invención, la función de los mencionados polímeros de silicona funcionalizada se selecciona entre el grupo que comprende el grupo vinilo, el grupo alilo, el grupo acrílico, el grupo hidroxilo y el grupo Si-H.

25 En una realización preferida de la invención, los mencionados polímeros de silicona funcionalizada se seleccionan entre el grupo que comprende polidimetilsiloxano bloqueado terminalmente con hidroxilo, preferiblemente con una viscosidad comprendida entre 40 y 3 000 000 mm²/s.

En una realización preferida de la invención, las etapas del método, en particular la etapa (b) se realizan a temperatura ambiente.

El término "temperatura ambiente" significa temperaturas comprendidas entre 20 y 30°C, preferiblemente 25°C.

30 En una realización preferida de la invención, de 0,025 a 3,5% en peso de la mezcla obtenida después de la etapa (a) del agente de gelificación consiste en:

- de 0,2 a 2,5% en peso de la mezcla obtenida después de la etapa (a), de agente de reticulación, preferiblemente tetraalcoxisilano o silano;

- de 0,05 a 1% en peso de la mezcla obtenida después de la etapa (a), de catalizador, preferiblemente titanio platino o estaño, más preferiblemente estaño.

35 Un cuarto objetivo de la presente invención es el uso de un gel anhidro transparente de acuerdo con la presente invención, o un producto de acuerdo con la presente invención, para liberación controlada de perfume en la atmósfera del entorno por contacto de una superficie del gel con la atmósfera.

40 Una ventaja del gel de la invención es su capacidad de contener cantidades importantes de perfume respecto a su composición global. Por tanto es particularmente adecuado para uso en refrescantes del aire, tales como refrescantes del aire ambiente y refrescantes del aire de automóviles (también llamados refrescantes de automóviles). Cuando se usa como refrescante del aire de automóviles se explotan otras ventajas del gel de la invención. De hecho a diferencia de muchos refrescantes de aire de la técnica anterior basados en gel, el gel de la invención es resistente a la temperatura, esto es, ni se altera a bajas temperaturas, en especial a temperaturas por debajo de 0°C dado que no contiene agua, ni funde a altas temperaturas, por ejemplo al sol. Además, el uso de un disolvente no volátil hace que el gel no sea inflamable, lo que es un argumento de seguridad importante.

45 Entre otras ventajas, debido a su capacidad para contener cantidades importantes de perfume en relación a su composición global, el gel de la invención se puede integrar ventajosamente en el envase de otro producto con el fin de proporcionar, por ejemplo, el perfume de los productos contenidos en el envase, evitando así que el consumidor lo abra antes de comprarlo.

Otra ventaja del gel de acuerdo con la invención es que es anhidro e inerte respecto al agua. Por tanto, ni se disuelve ni se desintegra cuando se pone en contacto con una atmósfera húmeda o agua. Aplicaciones particularmente interesantes del gel anhidro transparente de acuerdo con la invención o el producto de acuerdo con la invención para una liberación controlada de perfume en la atmósfera del entorno por contacto de una superficie del gel con la atmósfera son así aplicaciones en las que la atmósfera circundante es una atmósfera húmeda. Entre tales aplicaciones figuran, no limitativamente, refrescantes del aire para salas de vapor de agua, tales como cuartos de baño, cubículos de ducha y servicios. El gel anhidro transparente de acuerdo con la invención puede usarse también como elementos perfumante en desodorantes sólidos líquidos o en gel de retretes.

Debido a que es inerte frente al agua, el gel anhidro transparente de acuerdo con la invención puede usarse también para la manufactura de artículos perfumantes para uso en aplicaciones de artículos domésticos de limpieza tales como lavavajillas, máquinas lavadoras y secadoras.

En otras aplicaciones, el gel anhidro transparente de la invención se usa como revestimiento perfumante sobre un sustrato. Entre los sustratos adecuados figuran sustratos porosos tales como cerámicas, plaquetas y celulosa y sustratos no porosos tales como vidrio y plásticos.

El gel anhidro transparente de acuerdo con la invención también es útil como sistema de impregnación para tejidos y fibras. En este caso, la formulación líquida que contiene todos los ingredientes del gel de la invención preferiblemente se aplica antes de la gelificación del tejido o la(s) fibra(s) por atomización o inmersión.

En otra aplicación, el gel anhidro transparente de acuerdo con la invención se usa como sistema perfumante para polvos. En este caso, la formulación líquida que contiene todos los ingredientes del gel de la invención preferiblemente se aplica por atomización al polvo antes de la gelificación.

Un quinto objetivo de la presente invención es un kit para obtener un gel anhidro transparente de acuerdo con la presente invención que comprende:

(i) sustancia(s) volátil(es) y no volátil(es), comprendiendo la(s) sustancia(s) no volátil(es) de 3,77% a 100% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de polímeros de silicona funcionalizada y de 0 a 96,23% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de un disolvente no volátil, y comprendiendo la(s) mencionada(s) sustancia(s) volátil(es) de 20,6 a 100% (en peso de sustancia(s) volátil(es) de perfume y de 0 a 80% (en peso de sustancia(s) volátiles) de disolvente volátil, y siendo la relación de sustancia volátil/polímeros de silicona funcionalizada de entre 1 y 32,

(ii) agente de gelificación,

en el que (ii) es de 0,025 a 3,5% en peso de (i), (ii) se suministra separadamente de la mezcla (i) y el kit no comprende carga o agente de refuerzo.

En una realización preferida de la invención, el kit de acuerdo con la presente invención permite obtener un gel anhidro transparente de acuerdo con la presente invención por mezcla de (i) y (ii).

EJEMPLOS

Los ejemplos siguientes describen realizaciones preferidas del gel anhidro transparente de acuerdo con esta invención, pero sin limitar el ámbito.

Ejemplo 1: Composición del agente de gelificación

Tetraetoxisilano = 73%

Dilaurato de dibutilestano = 27%

Ejemplo 2: Gel odorificado exento de disolvente

Fase A

1 – Polidimetilsiloxano bloqueado terminalmente con hidroxilo (DOW CORNING (R) POLÍMERO 3-0084 14,000 CS) = 10 g (9,910%)

2 – Perfume = 90 g (89,188%)

3 – Colorante azul liposoluble = 0,01 g (0,001%)

Se mezcla hasta que el polímero se dispersa totalmente en la fragancia

4 – Se añade el Ejemplo 1 Agente de gelificación = 0,9 g (0,891%)

ES 2 560 516 T3

Se añade a la Fase A, se mezcla hasta homogeneidad y se vierte en un recipiente de vidrio o PET, se cierra y se deja el gel horizontalmente durante 4 horas.

El valor de la transferencia es 6,54 NTU

Resistencia a compresión = 0,08 g/mm

5 Ejemplo 3: Formulación típica

Se pesa y mezcla en un tanque de mezcla grande hasta homogeneidad, luego se envasa en recipientes individuales antes de que se produzca la gelificación.

1 – Polidimetilsiloxano bloqueado terminalmente con hidroxilo (DOW CORNING (R) POLÍMERO 3-0084 14,000 CS) = 8,28%

10 2 – ISOPAR G (Exxon) = 50,84%

3 – Perfume = 39,41%

4 – Agente de gelificación = 1,48%

5 – Colorante negro liposoluble = 0,001%

Transparencia = 6,90 NTU

15 Resistencia a compresión = 1,3 g/mm

Ejemplo 4 : Formulación con disolvente no volátil

Se pesa y mezcla en un tanque de mezcla grande hasta homogeneidad, luego se envasa en recipientes individuales antes de que se produzca la gelificación.

20 1 – Polidimetilsiloxano bloqueado terminalmente con hidroxilo (DOW CORNING (R) POLÍMERO 3-0084 14,000 CS) = 9,8%

2 – ECOLANE 130 (Total) = 39,22%

3 – Perfume = 49,02%

4 – Agente de gelificación = 1,96%

Ejemplo 5 : Difusión de fragancia

25 Formulaciones con disolventes volátiles

Ejemplo nº	Tanda nº	Isoparafina, punto inflam. °C, copa cerrada	Perfume	Disolvente	Polímero	Agente de gelificación
5	1	40	59%	29%	11%	1,48%
6	4	40	20%	68%	11%	1,48%
7	5	60	39%	53%	6%	2,46%
8	7	100	59%	29%	11%	1,48%
9	8	100	20%	68%	11%	1,97%

Resultados de suministro de fragancia

Ejemplo nº.	Tanda nº	Turbidez NTU	Resistencia relativa del gej, g/mm	Pérdida de peso a los 10 días, %	Pérdida de peso a los 30 días, %	Pérdida de peso a los 45 días, %
-------------	----------	--------------	--	--	--	--

Ejemplo nº.	Tanda nº	Turbidez NTU	Resistencia relativa del gel, g/mm	Pérdida de peso a los 10 días, %	Pérdida de peso a los 30 días, %	Pérdida de peso a los 45 días, %
5	1	11,8	1,6	29,7	59,1	71,4
6	4	2,4	2,8	43,6	88,6	95,5
7	5	6,2	0,55	22,2	52,6	65,5
8	7	9,3	1,7	19,2	37,8	44,1
9	8	1,6	2,8	9,7	17,9	78,6

Otras formulaciones con disolventes no volátiles (perfiles de liberación):

Ejemplo nº	Marca de perfume	% de perfume	Ecolane 130	Polímero	Agente de gelificación
10	PEACH BLOSSOM	49%	39%	9,8%	2,2%
11	GOLDEN GARDEN	49%	39%	9,8%	2,2%
12	ANTI TOBACCO	49%	39%	9,8%	2,2%
13	SEA MINT	49%	39%	9,8%	2,2%
14	GREEN TEA	49%	39%	9,8%	2,2%

Resultados de suministro de fragancia

Ejemplo nº	Pérdida de peso a los 10 días, %	Pérdida de peso a los 30 días, %	Pérdida de peso a los 45 días, %
10	17%	29%	47%
11	25%	42%	51%
12	30%	49%	56%
13	25%	43%	50%
14	13%	25%	47%

5

Ejemplo 6: Formulación con 1% de compuesto no volátil, soluble en sustancia(s) volátil(es), y no soluble en el compuesto de polímero de silicona funcionalizada

La composición comprende 1% de un compuesto no volátil, soluble en sustancias volátil(es) y no soluble en los compuestos de polímeros de silicona funcionalizada, seleccionados entre dipropilenglicol, citrato de trietilo, ftalato de dietilo, benzoato de bencilo, en una cantidad de 1% del peso total de la composición.

10

Estos compuestos se denominan agente "de final de vida" porque la finalidad de estos compuestos es convertir el gel en opaco cuando la totalidad de la(s) sustancia(s) volátil(es) del gel se evapora(n). Es la señal para el consumidor de que el gel ya no es eficaz para perfumar la atmósfera y que se debe cambiar (el producto está al final de su vida).

15

Los ingredientes de la composición se pesan y mezclan en un tanque de mezcla grande hasta que se homogeneizan y luego se envasan en recipientes individuales antes de la gelificación.

Composición del gel anhidro transparente:

1 – Polidimetilsiloxano bloqueado terminalmente con hidroxilo (DOW CORNING (R) POLÍMERO 3-0084 14,000 CS)

= 8,05%

2 – ISOPAR G (Exxon) = 49,45%

3 - PERFUME = 40,00%

4 – AGENTE FINAL DE VIDA = 1,00%

5 5 – Agente de gelificación = 1,50%

Después de 5 semanas de tiempo de difusión, el gel se vuelve opaco debido al agente de final de vida y a que se ha evaporado la totalidad de las sustancias volátiles del gel. La turbidez del gel se estima por comparación con una serie de patrones:

Dipropilenglicol > 200 NTU

10 Citrato de trietilo > 200 NTU

Ftalato de dietilo > 400 NTU

Benzoato de bencilo > 800 (inferior a 1000) NTU

Ejemplo 7 : Formulación con 2% de compuesto no volátil, soluble en sustancia(s) volátil(es) y no soluble en polímeros de silicona funcionalizada

15 La composición comprende 2% de un compuesto no volátil, soluble en sustancia(s) volátil(es) y no soluble en los polímeros de silicona funcionalizada seleccionados entre dipropilenglicol, citrato de trietilo, ftalato de dietilo, benzoato de bencilo, en una cantidad de 1% del peso total de la composición.

Los ingredientes de la composición se pesan y mezclan en un tanque de mezcla grande hasta que se homogeneizan y luego se envasan en recipientes individuales antes de la gelificación.

20 Composición del gel anhidro transparente:

1 – Polidimetilsiloxano bloqueado terminalmente con hidroxilo (DOW CORNING (R) POLÍMERO 3-0084 14,000 CS) = 7,91%

2 – ISOPAR G (Exxon) = 45,59%

3 – PERFUME = 40,00%

25 4– AGENTE FINAL DE VIDA = 2,00%

5 – Agente de gelificación = 1,50%

Después de 6 semanas de tiempo de difusión, el gel se vuelve opaco debido al agente de final de vida y a que se ha evaporado la totalidad de las sustancias volátiles del gel. La turbidez del gel se estima por comparación con una serie de patrones:

30 Dipropilenglicol > 200 NTU

Citrato de trietilo > 200 NTU

Ftalato de dietilo > 400 NTU

Benzoato de bencilo > 800 (inferior a 1000) NTU

Ejemplo 8: Ejemplos de perfume

35 Se someten a ensayo las composiciones de gel anhidro transparente del ejemplo 1 a 7 con éxito con varios perfumes, tales como perfume cítrico y perfume de lino limpio.

Seguidamente se dan las composiciones de perfume cítrico y perfume de lino limpio.

PERFUME CÍTRICO	
Limoneno	62,6%
Acetato de bencilo	5,0%
Dihidromircenol	5,0%
3,7-dimetil-2,6-octadienal (isómeros cis y trans)	5,0%
Acetato de bergamilo	4,0%
Acetato de linalilo	4,0%
Tetrahidrolinalol	4,0%
Acetato de geranilo	2,0%
Acetato de hexilo	2,0%
Acetato de citronelilo	1,0%
Aceite esencial de limón	1,0%
3-metil-5-fenilpent-2-enenitrilo	1,0%
Acetato de isoamilo	0,5%
Hexanoato de propenilo	0,5%
Hexanoato de etilo	0,5%
2,4,6-metil-4-fenil-1,3-dioxano	0,5%
Formiato de citronenilo	0,5%
Butirato de etilo	0,2%
Aceite esencial de geranio	0,2%
Trans 2 dodecenal	0,1%
L-carvona	0,1%
Cis-3-metil-2-(3-pentenil)-2-ciclopenten-1-ona	0,1%
3-hidroxi-2-etil-4-pirona	0,1%
Paramentenotiol	0,1%

PERFUME DE LINO LIMPIO	
Acetato de linalilo	22,60%
Acetato de bencilo	7,92%
Dihidromircenol	14,14%
Acetato de isobornilo	18,10%
Citratal	6,79%
Isoborneol	4,53%
Aceite esencial de menta	3,39%
Acetato de etilo	2,83%
Acetato de hexilo	4,53%
Acetato de estiralilo	2,83%
Eucaliptol	1,70%
2-metil undecanal	1,13%
3-(O- y p-etilfenil)-2,2-dimetilpropionaldehído	1,13%
Isomentona	1,13%
Mentona	1,13%
5-metil-3-heptanona	0,91%
Acetato de isoamilo	0,68%
Alfa ionona	0,68%
Dodecanal	0,57%
1-(5,5-dimetil-1-ciclohexenil-1-il)-4-penten-1-ona	0,57%
Aceite esencial de pachuli	0,57%
1-metil-3-(4-metil-3-pentil)-3-ciclohexeno-1-carboxaldehído	0,57%
Acetato de cis 3 hexenilo	0,23%
Antranilato de acetilmetilo	0,23%
Aceite esencial de lavandina	0,11%
Aceite esencial de menta verde	0,11%
2-heptanona	0,23%
2-octanona	0,23%
p-metil isopropil benceno	0,11%
Heptoato de alilo	0,11%
Paramentenotiol	0,06%
Aceite esencial de galbano	0,05%
Isobutilquinoleína	0,06%
Oxano	0,02%
Trans 2 dodecenal	0,02%

REIVINDICACIONES

1. Gel anhidro transparente con una resistencia relativa del gel de menos de 20 g/mm, que comprende sustancia(s) volátil(es) y sustancia(s) no volátil(es), en el que la(s) mencionada(s) sustancia(s) no volátil(es) comprendan de 3,8% a 100% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de una red de silicona reticulada y de 0 a 96,2% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de un disolvente no volátil, y comprendiendo la(s) mencionada(s) sustancia(s) volátil(es) de 20,6 a 100% (en peso de sustancia(s) volátil(es)) de perfume y de 0 a 80% (en peso de sustancia(s) volátil(es)) de un disolvente volátil, siendo la relación de sustancia volátil/red de silicona reticulada de entre 1 y 32, y no comprendiendo el mencionado gel anhidro transparente carga o agente de refuerzo.
2. Gel anhidro transparente de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que el disolvente volátil es un disolvente o varios disolventes seleccionado(s) entre el grupo que comprende isoparafina C₇ a C₁₂, hexametil disiloxano de silicona volátil, octametil trisiloxano, decametil tetrasiloxano, octametil ciclotetrasiloxano, decametil ciclopentasiloxano, dodecametil ciclohexasiloxano.
3. Gel anhidro transparente de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado por que el disolvente volátil es isoparafina C₁₀₋₁₂.
4. Gel anhidro transparente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el disolvente no volátil es al menos un disolvente seleccionado entre el grupo que comprende:
 - aceite mineral, preferiblemente vaselina;
 - éster de ácido graso seleccionado entre el grupo que comprende oleato de isobutilo, oleato de isopropilo, miristato de butilo, adipato de diisopropilo (DIPA), miristato de isopropilo (IPM), preferiblemente DIPA o IPM;
 - isoparafinas C₁₃ a C₄₀;
 - parafinas líquidas;
 - vaselina blanca ycombinaciones de las mismas.
5. Gel anhidro transparente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que la(s) sustancia(s) no volátiles comprende(n) de 0 a 2% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de al menos un compuesto que es no volátil, soluble en sustancias volátiles y no soluble en los polímeros de silicona funcionalizada usados para la preparación del gel y que serán reticulados por un agente de gelificación para obtener los mencionados polímeros de silicona reticulada, y a combinaciones de los mismos.
6. Gel anhidro transparente de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por que el mencionado compuesto se selecciona entre el grupo que comprende dipropilenglicol, propilenglicol, benzoato de bencilo, ftalato de dietilo, citrato de trietilo, preferiblemente dipropilenglicol o citrato de trietilo.
7. Gel anhidro transparente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que la turbidez del gel es inferior a 20 NTU, preferiblemente inferior a 12 NTU, más preferiblemente inferior a 8 NTU.
8. Gel anhidro transparente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que la resistencia relativa del gel es inferior a 10 g/mm.
9. Producto que comprende un gel anhidro transparente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, incluido en un recipiente.
10. Método para producir un gel anhidro transparente con una resistencia relativa del gel inferior a 20 g/mm, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende las etapas siguientes:
 - (a) mezclar sustancia(s) volátil(es) y sustancia(s) no volátil(es), sustancia(s) no volátil(es) que comprende(n) de 3,77% a 100% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de polímeros de silicona funcionalizada y de 0 a 96,23% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de un disolvente no volátil, y comprendiendo las mencionada(s) sustancia(s) volátil(es) de 20,6 a 100% (en peso de sustancia(s) volátil(es)) de perfume y de 0 a 80% (en peso de sustancia(s) volátiles)) de disolvente volátil, y siendo la relación sustancia volátil/polímeros de silicona funcionalizada de entre 1 y 32;
 - (b) añadir un agente de gelificación a la mezcla obtenida después de la etapa (a), agente de gelificación que es de 0,025 a 3,5% en peso de la mezcla obtenida después de la etapa (a);no añadiéndose carga o agente de refuerzo en la etapa (a) o (b).

11. Método de acuerdo con la reivindicación 10, caracterizado por que la función de los mencionados polímeros de silicona funcionalizada se selecciona entre el grupo que comprende el grupo vinilo, el grupo alilo, el grupo acrílico, el grupo hidroxilo y el grupo Si-H.
- 5 12. Método de acuerdo con la reivindicación 10 u 11, caracterizado por que los mencionados polímeros de silicona funcionalizada se seleccionan entre el grupo que comprende polidimetilsiloxano bloqueado terminalmente con hidroxilo, preferiblemente con una viscosidad comprendida entre 40 y 3 000 000 mm²/s.
13. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, caracterizado por que las etapas, en particular la etapa (b), se realizan a temperatura ambiente.
- 10 14. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, caracterizado por que de 0,025 a 3,5% en peso de la mezcla obtenida después de la etapa (a) del agente de gelificación consiste en:
- de 0,2 a 2,5% en peso de la mezcla obtenida después de la etapa (a) de agente de reticulación, preferiblemente tetraalcoxisilano o silano;
 - de 0,05 a 1% en peso de la mezcla obtenida después de la etapa (a) de catalizador, preferiblemente titanio platino o estaño, más preferiblemente estaño.
- 15 15. Kit para obtener un gel anhidro transparente con una resistencia relativa del gel inferior a 20 g/mm, de acuerdo con la presente invención de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende:
- 20 (i) sustancia(s) volátil(es) y no volátil(es), comprendiendo dicha(s) sustancia(s) no volátil(es) de 3,77% a 100% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de un polímero de silicona funcionalizada y de 0 a 96,23% (en peso de sustancia(s) no volátil(es)) de un disolvente no volátil, y comprendiendo la(s) mencionada(s) sustancia(s) volátil(es) de 20,6 a 100% (en peso de sustancia(s) volátil(es)) de perfume y de 0 a 80% (en peso de sustancia(s) volátiles) de disolvente volátil, y siendo la relación de sustancia volátil/polímeros de silicona funcionalizada de entre 1 y 32,
- (ii) agente de gelificación,
- en el que (ii) es de 0,025 a 3,5% en peso de (i), (ii) se suministra separadamente de la mezcla (i) y el kit no comprende carga o agente de refuerzo.