

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 739 977**

51 Int. Cl.:

A61L 9/01

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.03.2017** **E 17159961 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.07.2019** **EP 3216465**

54 Título: **Composición volátil**

30 Prioridad:

09.03.2016 JP 2016045744

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

05.02.2020

73 Titular/es:

**SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (100.0%)
6-1, Otemachi 2-chome, Chiyoda-ku
Tokyo , JP**

72 Inventor/es:

**YAMAMOTO, ATSUSHI;
KITAMURA, AKIRA y
NIINOBE, SHINGO**

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 739 977 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

Composición volátil

Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención.

5 La presente invención se refiere a una composición volátil.

2. Descripción de la técnica relacionada.

Existe una preparación volátil convencionalmente conocida, tal como un ambientador, un agente de control de insectos volátil y un fungicida volátil, en la cual una solución de una sustancia volátil en un solvente tal como el agua se disuelve o solubiliza en un solvente acuoso o un ingrediente activo es transportado por un solvente volátil.

10 Entre ellos, por ejemplo, el ambientador es ampliamente utilizado en coches y en casas. Cuando se usa un ambientador para coches en un coche estacionado, por ejemplo, bajo un sol abrasador, una gran cantidad de una sustancia volátil se volatiliza en el coche debido a que la temperatura alcanza aproximadamente 40 a 80 °C en un área de irradiación solar en el coche. La cantidad de volatilización de una preparación volátil depende de la tasa de volatilización de una sustancia volátil en sí misma o de un solvente volátil como el portador. Por ejemplo, en una
15 condición de alta temperatura, la tasa de volatilización aumenta considerablemente y la sustancia volátil se consume rápidamente. Esto causa el problema de que una sustancia volátil se volatiliza en una cantidad muy superior a la cantidad requerida en un espacio fijo.

Para suprimir un aumento marcado en la cantidad de volatilización de una sustancia volátil en tal condición de alta temperatura, se proporciona un ambientador líquido de aire controlable por volatilización, en el que un polímero termosensible que causa agregación o gelificación termorreversible se usa en combinación con una sustancia volátil para controlar la tasa de volatilización (JP 06-207162A).

El documento WO 2000059947 describe un proceso para producir metilcelulosas que tienen una mayor resistencia del gel y el documento US 5.741.482 describe composiciones de gel para el tratamiento del aire que comprenden en un medio acuoso, al menos un agente volátil de tratamiento del aire y un agente gelificante polimérico que consiste
25 esencialmente en goma de alga marina, guar o derivados de guar.

Resumen de la invención

Sin embargo, los ejemplos del polímero termosensible del documento JP 06-207162A, tal como metilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, polivinil metil éter y el alcohol polivinílico parcialmente acetilado, tienen temperaturas de gelificación de aproximadamente 60 °C, y tienen pequeñas resistencias del gel. Por lo tanto, el efecto de suprimir la
30 cantidad de volatilización es limitado. Aunque hay un polímero que presenta una termosensibilidad diferente a la metilcelulosa, tal polímero tiene una región de temperatura de gelificación térmica que es muy variable dependiendo de un aroma químico o surfactante coexistente, por lo que es difícil de usar en la práctica.

Un objeto de la presente invención es proporcionar una composición volátil que tenga una pequeña diferencia en las cantidades de volatilización de una sustancia volátil dentro de un amplio rango de temperatura desde la temperatura normal y que permita el control de la cantidad de volatilización incluso a una temperatura elevada, suprimiendo la
35 cantidad de volatilización de la sustancia volátil y aumentando la resistencia del gel de la composición volátil.

Como resultado de los estudios intensivos para lograr el objetivo, los inventores de la presente invención han encontrado que se puede producir una composición volátil que permite la supresión de la cantidad de volatilización de una sustancia volátil, y han completado la presente invención.

40 En un aspecto de la presente invención, se proporciona una composición volátil que comprende: una alquilcelulosa que tiene tal viscosidad que una viscosidad a 20°C de una solución acuosa al 1% en peso de la alquilcelulosa es de 4,000 a 11,000 mPa·s como se determina por un viscosímetro Brookfield y que tiene tal módulo elástico de almacenamiento que un módulo elástico de almacenamiento G'(65 °C) a 65 °C de una solución acuosa al 1.5% en peso de la alquilcelulosa es de 3,000 a 4,500 Pa; una sustancia volátil seleccionada del grupo que consiste en un
45 ingrediente aromático, un ingrediente insecticida, un ingrediente de control de insectos y un ingrediente repelente de insectos; y un solvente seleccionado de agua, solventes de alcohol y solventes de glicol éter.

de acuerdo con la presente invención, se proporciona una composición volátil que suprime la cantidad de volatilización de una sustancia volátil, tiene una pequeña diferencia en las cantidades de volatilización dentro de un amplio rango de temperatura desde la temperatura normal y puede controlar la cantidad de volatilización incluso a una temperatura
50 alta.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 muestra la relación entre la intensidad del olor y las temperaturas como se mide en los Ejemplos y Ejemplos comparativos.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas.

(1) Alquil celulosa

- 5 De acuerdo con la presente invención, una alquilcelulosa tal que una solución acuosa al 1% en peso de la alquilcelulosa tiene una viscosidad a 20 °C de 4,000 a 11,000 mPa·s determinada por un viscosímetro Brookfield y una solución acuosa al 1.5% en peso de la alquilcelulosa tiene un módulo elástico de almacenamiento $G'(65\text{ °C})$ a 65 °C de 3,000 a 4,500 Pa.

- 10 La alquilcelulosa puede producirse, por ejemplo, mediante un método para producir una alquilcelulosa, que comprende las etapas de: mezclar una pulpa de celulosa y una primera solución de hidróxido de metal alcalino con agitación para obtener celulosa alcalina; hacer reaccionar la celulosa alcalina con un agente alquilante para obtener una primera mezcla de reacción; mezclar la primera mezcla de reacción y una segunda solución de hidróxido de metal alcalino con agitación y sin adición adicional de ningún agente alquilante para obtener una segunda mezcla de reacción; y aislar una alquilcelulosa de la segunda mezcla de reacción; en donde la relación del peso de un primer hidróxido de metal alcalino en la primera solución de hidróxido de metal alcalino al peso total del primer hidróxido de metal alcalino en la primera solución de hidróxido de metal alcalino y un segundo hidróxido de metal alcalino en la segunda solución de hidróxido de metal alcalino es preferiblemente 50 a 86%.

- 20 La pulpa de celulosa incluye pulpa de madera y pulpa de resina, y se usa típicamente como materia prima de un éter de celulosa. La viscosidad intrínseca como índice del grado de polimerización de una pulpa de celulosa puede seleccionarse de manera apropiada de acuerdo con la viscosidad de una solución acuosa de un éter de celulosa deseado y es preferiblemente de 1,000 a 2,200 ml/g, más preferiblemente de 1,300 a 2,000 ml/g a 25 °C. La viscosidad intrínseca de una pulpa de celulosa se puede determinar mediante un método de acuerdo con el método A en JIS P8215.

- 25 La pulpa de celulosa contiene celulosa y agua. En la presente especificación, la cantidad de "la celulosa en una pulpa de celulosa" se puede calcular a partir del contenido de materia seca determinado de acuerdo con la Determinación de Pulpas del contenido de materia seca en JIS P8203: 1998. El contenido de materia seca se determina mediante el método que comprende las etapas de: secar una muestra a $105 \pm 2\text{ °C}$ hasta que el peso alcance un valor constante; y calcular la relación (%) del peso después del secado al peso antes del secado como el contenido de materia seca.

- 30 La pulpa de celulosa es preferiblemente una pulpa de celulosa en polvo preparada por pulverización con un pulverizador. El pulverizador de pulpa puede ser cualquier pulverizador que pueda convertir una pulpa de celulosa en polvo. Los ejemplos de pulverizador pueden incluir un molino de cuchillas, un molino de corte, un molino de martillos, un molino de bolas y un molino de rodillos vertical. El polvo de pulpa de celulosa tiene preferiblemente un diámetro de partícula promedio en peso D_{50} de 30 a 400 μm . El diámetro de partícula promedio en peso D_{50} de un polvo de pulpa de celulosa se determina mediante el método que comprende las etapas de: instalar una pluralidad de tamices de prueba que tienen diversos tamaños de malla de acuerdo con JIS Z8801 en un agitador de tamiz Ro-Tap®; colocar un polvo de pulpa en el tamiz más alto; vibrar o golpear la pulpa en polvo para ser tamizada; luego, determinar el peso en cada tamiz y el peso debajo de los tamices para obtener la distribución en peso; y determinar el diámetro de partícula promedio a un valor integrado de 50% como el diámetro de partícula promedio en peso D_{50} .

- 40 A continuación, se describirá la etapa de mezclar una pulpa de celulosa con una primera solución de hidróxido de metal alcalino con agitación para obtener celulosa alcalina.

- La solución de hidróxido de metal alcalino se divide en una primera solución de hidróxido de metal alcalino y una segunda solución de hidróxido de metal alcalino, y se utiliza en dos etapas. Aquí, la solución de hidróxido de metal alcalino no está particularmente limitada, e incluye una solución de hidróxido de sodio y una solución de hidróxido de potasio. Se prefiere una solución acuosa de hidróxido de sodio desde el punto de vista económico. Un tipo del primer hidróxido de metal alcalino en la primera solución de hidróxido de metal alcalino es preferiblemente el mismo que el del segundo hidróxido de metal alcalino en la segunda solución de hidróxido de metal alcalino. Por ejemplo, cada uno de los hidróxidos de metales alcalinos primero y segundo se selecciona por ser hidróxido de sodio. Sin embargo, los hidróxidos de metales alcalinos pueden ser una combinación de diferentes tipos. Por ejemplo, el hidróxido de sodio se puede usar como el primer hidróxido de metal alcalino, mientras que el hidróxido de potasio se puede usar como el segundo hidróxido de metal alcalino.

- Como un método de mezcla de la solución de hidróxido de metal alcalino y una pulpa de celulosa, la solución de hidróxido de metal alcalino se agrega preferiblemente a una pulpa de celulosa. Los ejemplos de tal adición incluyen la caída directa de la solución de hidróxido de metal alcalino y la aspersión de la solución de hidróxido de metal alcalino. La aspersión se prefiere desde el punto de vista de una buena uniformidad de la celulosa alcalina resultante.

- 55 La concentración del hidróxido de metal alcalino en la solución de hidróxido de metal alcalino es preferiblemente del 10 al 60% en peso, más preferiblemente del 30 al 50% en peso desde el punto de vista de la eficiencia de eterificación

y la capacidad de manejo. El primer hidróxido de metal alcalino y el segundo hidróxido de metal alcalino tienen preferiblemente las mismas concentraciones, pero pueden tener diferentes concentraciones.

La etapa de mezclar una pulpa de celulosa y una solución de hidróxido de metal alcalino con agitación se lleva a cabo preferiblemente en un reactor que tiene una estructura de agitación interna. El reactor está equipado preferiblemente con un dispositivo de medición tal como un dispositivo capaz de medir la temperatura interior.

Antes de mezclar la pulpa de celulosa y la primera solución de hidróxido de metal alcalino con agitación, se prefiere que el oxígeno en el reactor se elimine con una bomba de vacío o similar y se reemplace con un gas inerte, preferiblemente nitrógeno, para suprimir la despolimerización que pueda producirse en presencia de un hidróxido de metal alcalino y oxígeno.

Con respecto a la cantidad de la primera solución de hidróxido de metal alcalino, una relación molar del primer hidróxido de metal alcalino a la celulosa en la pulpa de celulosa (primer hidróxido de metal alcalino/celulosa) es preferiblemente de 2.0 a 4.0, más preferiblemente de 2.7 a 3.5. Cuando la relación molar del primer hidróxido de metal alcalino a la celulosa es inferior a 2.0, la temperatura de gelificación puede reducirse excesivamente para que no se exprese la viscosidad y no se produzca una alquilcelulosa que tenga una alta resistencia del gel. Cuando la relación molar es mayor que 4.0, no se puede producir una alquilcelulosa que tenga una alta resistencia del gel.

La relación del peso del primer hidróxido de metal alcalino en la primera solución de hidróxido de metal alcalino al peso total del primer hidróxido de metal alcalino en la primera solución de hidróxido de metal alcalino y el segundo hidróxido de metal alcalino en la segunda solución de hidróxido de metal alcalino es preferiblemente 50 a 86%, más preferiblemente 65 a 80%, todavía más preferiblemente 65 a 75%. Cuando la relación del peso del primer hidróxido de metal alcalino al peso total del primer y segundo hidróxidos de metal alcalino es inferior al 50%, la temperatura de gelificación puede reducirse de tal manera que la viscosidad no se exprese, y no puede producirse una alquilcelulosa que tenga una alta resistencia del gel. Cuando la relación entre el peso del primer hidróxido de metal alcalino y el peso total del primer y segundo hidróxidos de metal alcalino es superior al 86%, puede no producirse una alquilcelulosa que tenga una alta resistencia del gel.

La temperatura interior del reactor durante la mezcla de la pulpa de celulosa con el primer hidróxido de metal alcalino, preferiblemente durante la adición de la primera solución de hidróxido de metal alcalino a la pulpa de celulosa, es preferiblemente de 10 a 80 °C, más preferiblemente de 30 a 70 °C desde el punto de vista de la formación de celulosa alcalina uniforme.

La tasa de mezcla del primer hidróxido de metal alcalino en la primera solución de hidróxido de metal alcalino significa la cantidad molar del primer hidróxido de metal alcalino agregada por unidad de tiempo en relación con 1 mol de pulpa de celulosa, y es preferiblemente de 1.5 a 48 [mol/mol·hora], más preferiblemente 4.8 a 18.6 [mol/mol·hora], todavía más preferiblemente 8 a 15 [mol/mol·hora] desde el punto de vista de la mezcla uniforme de la primera solución de hidróxido de metal alcalino en el sistema. Después de la adición de la primera solución de hidróxido de metal alcalino, la mezcla se puede continuar con agitación durante otros 5 a 30 minutos para hacer que la celulosa alcalina sea más uniforme.

Con el fin de suprimir la generación de calor local en el reactor, se puede agregar al sistema un solvente orgánico que no afecte a la alquilación, tal como el dimetil éter, antes, durante o después de la adición de la primera solución de hidróxido de metal alcalino.

A continuación, la celulosa alcalina producida se hace reaccionar con un agente alquilante para obtener una primera mezcla de reacción.

Ejemplos del agente de alquilación incluyen un agente de metilación tal como cloruro de metilo, sulfato de dimetilo y yoduro de metilo; y un agente de etilación tal como cloruro de etilo, sulfato de dietilo y yoduro de etilo. El cloruro de metilo y el cloruro de etilo se prefieren desde el punto de vista de la solubilidad de la alquilcelulosa resultante en agua y economía.

La temperatura interior del reactor cuando reacciona el agente alquilante es preferiblemente de 40 a 90 °C, más preferiblemente de 50 a 80 °C, desde el punto de vista del control de reacción.

Con respecto a la cantidad molar del agente alquilante a mezclar, la relación de la cantidad molar del agente alquilante a la cantidad molar total de los hidróxidos de metales alcalinos primero y segundo (agente alquilante/hidróxido de metal alcalino total) es preferiblemente de 0.8 a 1.5, más preferiblemente 1.0 a 1.3. Cuando la relación molar (agente alquilante/hidróxido de metal alcalino total) es menor que 0.8, un número deseado de grupos alquilo puede no estar sustituido. Cuando la relación molar es superior a 1.5, la mezcla de la cantidad en exceso de agente alquilante puede llevar a una desventaja económica.

En cuanto al método de mezclar el agente alquilante, el agente alquilante se añade preferiblemente a la celulosa alcalina. El período de tiempo para añadir el agente alquilante es preferiblemente de 30 a 120 minutos, más preferiblemente de 40 a 90 minutos desde el punto de vista del control de la reacción y la productividad.

La alquilcelulosa en la primera mezcla de reacción tiene preferiblemente un grado de sustitución (DS) del grupo alquilo de 0.75 a 1.68, más preferiblemente de 0.81 a 1.68, todavía más preferiblemente de 0.99 a 1.37 desde el punto de vista de obtener una viscosidad o un módulo elástico de almacenamiento deseables. El grado de sustitución (DS) significa el número promedio de grupos hidroxilo sustituidos por grupos alquilo por unidad de anillo de glucosa de celulosa.

Subsecuentemente, la primera mezcla de reacción alquilada se mezcla con una segunda solución de hidróxido de metal alcalino con agitación y sin la adición adicional de ningún agente alquilante para que se obtenga una segunda mezcla de reacción.

El momento de mezclar la segunda solución de hidróxido de metal alcalino con la primera mezcla de reacción, en otras palabras, el momento de inicio de la mezcla de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino, es preferiblemente después de completar la adición de 80% en peso o más de la cantidad total del agente alquilante a añadir, más preferiblemente después de completar la adición de la cantidad total del agente alquilante a añadir. Cuando el momento de comenzar la adición de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino es antes de que se complete la adición del 80% en peso de la cantidad total del agente alquilante a agregar, no se puede producir alquilcelulosa que tenga una alta resistencia del gel.

Con respecto a la cantidad del segundo hidróxido de metal alcalino en la segunda solución de hidróxido de metal alcalino, la relación molar del segundo hidróxido de metal alcalino a la celulosa en la pulpa de celulosa (segundo hidróxido de metal alcalino/celulosa) es preferiblemente de 0.65 a 2.0, más preferiblemente de 0.88 a 1.48. Cuando la relación molar (hidróxido de metal alcalino/celulosa) es inferior a 0.65, no se puede producir una alquilcelulosa que tenga una alta resistencia del gel. Cuando la relación molar es superior a 2.0, la temperatura de gelificación puede reducirse excesivamente, de tal manera que la viscosidad puede no expresarse, y no se puede producir una alquilcelulosa que tenga una alta resistencia del gel.

La temperatura interior del reactor al comienzo de la mezcla de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino con la primera mezcla de reacción, preferiblemente al comienzo de la adición de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino a la primera mezcla de reacción, es preferiblemente de 65 a 90 °C, más preferiblemente de 75 a 85°C. Cuando la temperatura interior del reactor al comienzo de la adición de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino es inferior a 65 °C, no se puede producir una alquilcelulosa que tenga una alta resistencia del gel. Cuando la temperatura interior del reactor al comienzo de la adición es superior a 90 °C, la generación de calor debida a la mercerización por el hidróxido de metal alcalino o una reacción exotérmica de alquilación puede no estar controlada. La temperatura interior del reactor al finalizar la mezcla de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino es preferiblemente de 80 °C a 100 °C, más preferiblemente de 85 a 95 °C, desde el punto de vista de la producción de una alquilcelulosa que tiene una alta resistencia del gel. La temperatura al comienzo de la adición puede ser más baja que la temperatura al completar la adición, y la diferencia de temperatura puede ser preferiblemente de 3 a 20 °C, más preferiblemente de 4 a 15 °C.

La tasa de mezcla del segundo hidróxido de metal alcalino en la segunda solución de hidróxido de metal alcalino significa la cantidad molar del segundo hidróxido de metal alcalino que se mezcla con la primera mezcla de reacción por unidad de tiempo en relación con 1 mol de celulosa en la pulpa de celulosa, y es preferiblemente de 0.5 a 9.6 [mol/mol·hora], más preferiblemente de 1.0 a 6.5 [mol/mol·hora], todavía más preferiblemente de 1.0 a 3.5 [mol/mol·hora]. Cuando la tasa de mezcla del segundo hidróxido de metal alcalino es menor que 0.5 [mol/mol·hora], el período de tiempo para mezclar el segundo hidróxido de metal alcalino se hace largo de tal manera que el tiempo de reacción pueda extenderse y no se puede producir una alquilcelulosa que tenga una alta resistencia del gel. Cuando la tasa de mezcla del segundo hidróxido de metal alcalino es más de 9.6 [mol/mol·hora], no se puede producir una alquilcelulosa que tenga una alta resistencia del gel.

En la etapa de mezclar la segunda solución de hidróxido de metal alcalino con la primera mezcla de reacción, se prefiere que la segunda solución de hidróxido de metal alcalino se mezcle mientras que la temperatura interior del reactor se incrementa a una tasa constante desde el comienzo hasta la finalización de la mezcla de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino desde el punto de vista de la producción de alquilcelulosa que tiene una alta resistencia del gel. La tasa de aumento de la temperatura es preferiblemente de 3.0 a 50 °C/h, más preferiblemente de 8.0 a 45 °C/h, todavía más preferiblemente de 8.0 a 30 °C/h.

En general, la celulosa alcalina formada mezclando una pulpa de celulosa con una solución de hidróxido de metal alcalino se eterifica con un agente alquilante para producir una alquilcelulosa. En este caso, el agente alquilante en el sistema de reacción se consume gradualmente a medida que avanza la eterificación. Cuando la temperatura interior del reactor es constante, la tasa de reacción de la eterificación disminuye gradualmente a medida que el agente alquilante se consume en el sistema de reacción. En este sentido, al mezclar la segunda solución de hidróxido de metal alcalino mientras se aumenta la temperatura interna del reactor a una tasa constante, se suprime la reducción de la tasa de reacción de la eterificación causada por el consumo del agente alquilante en el sistema de reacción, y la tasa de reacción de la eterificación asociada con la mezcla de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino aumenta relativamente. Como resultado, se puede producir una alquilcelulosa que tiene una alta viscosidad y una alta resistencia del gel.

Después de la mezcla de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino, la mezcla se continúa preferiblemente con agitación para completar la eterificación.

- 5 La temperatura interior del reactor durante la mezcla con agitación después de la mezcla de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino es preferiblemente de 80 a 120 °C, más preferiblemente de 85 a 100 °C, desde el punto de vista de la capacidad de control de la reacción. Con el fin de completar la reacción, la mezcla se calienta preferiblemente después de la mezcla de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino.

El período de tiempo para la mezcla con agitación después de la mezcla de la segunda solución de hidróxido de metal alcalino es preferiblemente de 10 a 60 minutos, más preferiblemente de 20 a 40 minutos desde el punto de vista de la productividad.

- 10 Una alquilcelulosa puede aislarse de la segunda mezcla de reacción obtenida de la misma manera que la purificación habitual de una alquilcelulosa cruda. El método y el dispositivo utilizados para la purificación no están particularmente limitados. La purificación se puede llevar a cabo preferiblemente con agua, más preferiblemente con agua caliente (preferiblemente a 60 a 100 °C), teniendo en cuenta la eficiencia en coste. Específicamente, la purificación se puede llevar a cabo mediante el método que comprende las etapas de: mezclar la segunda mezcla de reacción con agua en un recipiente con agitación, mientras se disuelven las sales generadas como subproductos; y someter la suspensión descargada del recipiente de agitación a una operación de separación para eliminar las sales.

Después de la purificación, el producto puede secarse opcionalmente. El método y el dispositivo utilizados para el secado no están particularmente limitados. La temperatura de la alquilcelulosa durante el secado es preferiblemente de 40 a 80 °C.

- 20 La alquilcelulosa producida puede pulverizarse opcionalmente con un pulverizador común, tal como un molino de bolas, un molino de rodillos y un triturador de impacto, y luego clasificarse a través de tamices para ajustar el tamaño de partícula.

- 25 Ejemplos de la alquilcelulosa producida en este método incluyen preferiblemente metilcelulosa y etilcelulosa. La metilcelulosa se prefiere particularmente desde el punto de vista de la supresión de la cantidad de volatilización de una sustancia volátil, así como una baja temperatura de gelificación.

- 30 La alquilcelulosa tiene un grado de sustitución (DS) del grupo alquilo de preferiblemente 1.61 a 2.03, más preferiblemente de 1.74 a 2.03. Cuando una alquilcelulosa tiene un grado de sustitución del grupo alquilo inferior a 1.61, la alquilcelulosa puede no tener una alta resistencia del gel. Cuando se produce una alquilcelulosa que tiene un grado de sustitución de más de 2.03, se requiere que se agreguen grandes cantidades de un agente alquilante y un hidróxido de metal alcalino para que se pueda obtener una desventaja económica.

En general, el DS significa el grado de sustitución y es el número promedio de grupos hidroxilo sustituidos por grupos metoxi o grupos etoxi por unidad de anillo de glucosa de la celulosa.

El grado de sustitución del grupo alquilo de una alquilcelulosa puede determinarse mediante el método Zeisel-GC descrito en J.G. Gobler, E.P. Samscl y G.H. Beaver, Talanta, 9, 474 (1962).

- 35 La viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 1% en peso de la alquilcelulosa determinada por un viscosímetro Brookfield es de 4,000 a 11,000 mPa·s (la viscosidad de una solución acuosa del 2% en peso determinada por un viscosímetro Brookfield es de 60,000 a 150,000 mPa·s), preferiblemente 4,000 a 8,000 mPa·s (la viscosidad de la solución acuosa al 2% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield es preferiblemente de 60,000 a 110,000 mPa·s), todavía más preferiblemente 4,000 a 7,500 mPa·s (la viscosidad de la solución acuosa al 2% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield es todavía más preferiblemente de 60,000 a 100,000 mPa·s). Cuando la viscosidad de la solución acuosa al 1% en peso es inferior a 4,000 mPa·s, una composición volátil que comprende la alquilcelulosa tiene una viscosidad baja, de modo que no se puede lograr una supresión de volatilización suficiente. Cuando la viscosidad de la solución acuosa al 1% en peso es superior a 11,000 mPa·s, aunque depende de la cantidad de la alquilcelulosa con respecto a la cantidad de la composición volátil, una composición volátil tiene una viscosidad excesivamente alta, por lo que la composición volátil es difícil verter en un recipiente o similar.

La viscosidad por un viscosímetro Brookfield se puede determinar por el método analítico para la metilcelulosa en la Farmacopea Japonesa Decimosexta edición.

- 50 La resistencia del gel de una alquilcelulosa está representada por el módulo elástico de almacenamiento $G'(65^{\circ}\text{C})$ a 65°C de una solución acuosa al 1,5% en peso de los mismos. Generalmente, el módulo elástico de almacenamiento significa un factor elástico de una solución, o un factor de las características por las que la deformación causada por una fuerza aplicada a una sustancia vuelve a su forma original cuando se elimina la fuerza, y es un índice de resistencia del gel.

- 55 El módulo elástico de almacenamiento $G'(65^{\circ}\text{C})$ a 65 °C de una solución acuosa al 1.5% en peso de la alquilcelulosa es de 3,000 a 4,500 Pa, preferiblemente de 3,300 a 4,500 Pa, más preferiblemente de 3,300 a 4,300 Pa. Cuando el

módulo elástico de almacenamiento $G'(65\text{ }^{\circ}\text{C})$ es inferior a 3,000 Pa, una composición volátil tiene una baja resistencia del gel, por lo que la cantidad de volatilización de un ingrediente activo volátil no se puede suprimir.

El módulo elástico de almacenamiento $G'(65\text{ }^{\circ}\text{C})$ de una solución acuosa al 1.5% en peso de una alquilcelulosa puede determinarse con un reómetro tal como el MCR 500 fabricado por Anton Paar.

- 5 La solución acuosa al 1.5% en peso de una alquilcelulosa se prepara mediante el siguiente método que comprende las etapas de: colocar una cantidad exacta de una alquilcelulosa correspondiente a 4.50 g de la alquilcelulosa seca en una botella de boca ancha, que es un recipiente que tiene un diámetro de 65 mm, una altura de 120 mm y un volumen de 350 ml; agregar agua caliente (98 °C) a la botella para hacer una cantidad total de 300.0 g; poniendo una tapa en la botella; luego agitar la mezcla con un agitador a 350 a 450 rpm durante 20 minutos hasta obtener un líquido de dispersión uniforme; y agitar el líquido resultante en un baño de agua a 5 °C o menos durante 40 minutos para su disolución para obtener una solución de muestra.

- 15 La temperatura de la sección de medición de muestra de un reómetro se ajusta a 65 °C por adelantado; la solución acuosa preparada al 1.5% en peso de una alquilcelulosa se vierte en una taza de medición CC27, que es un recipiente cilíndrico de aluminio que tiene un diámetro de 30 mm y una altura de 80 mm, hasta una línea marcada de 25 ml; y la frecuencia angular se selecciona para que sea de 1 rad/s, y se aplica una distorsión con una amplitud de vibración del 10% con un cilindro bob (con un diámetro de 26.7 mm y una altura de 40.0 mm: CC27) para comenzar la medición. La temperatura de la sección de medición se mantiene constantemente a 65 °C. Los datos se recolectan en un punto por minuto. El módulo de elasticidad de almacenamiento máximo desde el inicio hasta el tiempo transcurrido de 60 minutos en la medición se considera como el módulo elástico de almacenamiento $G'(65\text{ }^{\circ}\text{C})$ en la presente invención.

- 20 La temperatura de gelificación de una alquilcelulosa se evalúa utilizando la relación entre un módulo elástico de almacenamiento $G'(30 \rightarrow 80\text{ }^{\circ}\text{C})$ y un módulo elástico de pérdida G'' . En general, el módulo elástico de pérdida significa un factor viscoso de una solución, o un factor de las características de que una resistencia es generada por la deformación de un fluido con movimiento de fluido, y es un índice de temperatura de gelificación.

- 25 La temperatura de gelificación de una solución acuosa al 1.5% en peso de la alquilcelulosa es preferiblemente de 40 a 55°C, más preferiblemente de 44 a 53°C, todavía más preferiblemente de 48 a 53°C. Cuando la temperatura de gelificación es inferior a 40 °C, tal alquilcelulosa puede tener una temperatura de disolución en agua excesivamente baja, de modo que la alquilcelulosa puede no disolverse y puede dejar de expresar una viscosidad suficiente. Cuando la temperatura de gelificación es superior a 55 °C, una composición volátil que comprende la alquilcelulosa puede tener una baja resistencia del gel, por lo que la cantidad de volatilización de un ingrediente activo volátil no se puede suprimir.

La temperatura de gelificación de una solución acuosa al 1.5% en peso de una alquilcelulosa puede determinarse con un reómetro tal como el MCR 500 fabricado por Anton Paar.

La solución acuosa al 1.5% en peso de una alquilcelulosa se prepara en el mismo método que para preparar la solución de muestra para el módulo elástico de almacenamiento $G'(65\text{ }^{\circ}\text{C})$.

- 35 La temperatura de la sección de medición de muestras de un reómetro se ajusta a 30 °C por adelantado; la solución acuosa al 1.5% en peso de una alquilcelulosa se vierte en una taza de medición CC27, que es un recipiente cilíndrico que tiene un diámetro de 30 mm y una altura de 80 mm, hasta una línea marcada de 25 ml; y la frecuencia se selecciona para que sea de 1 Hz, y se aplica una distorsión con una amplitud de vibración de 0.5% para iniciar la medición. La temperatura de la sección de medición de la muestra se incrementa en 2 °C por minuto a 80 °C. Los datos se recolectan a dos puntos por minuto.

El módulo elástico de almacenamiento $G'(30 \rightarrow 80\text{ }^{\circ}\text{C})$ y el módulo elástico de pérdida G'' determinados por la medición son variables a medida que aumenta la temperatura de un sistema de medición. La temperatura a la cual el módulo elástico de pérdida G'' se iguala al módulo elástico de almacenamiento $G'(30 \rightarrow 80\text{ }^{\circ}\text{C})$, es decir, la temperatura a la que $G''/G'(30 \rightarrow 80\text{ }^{\circ}\text{C})$ se convierte en un valor de uno, se considera la temperatura de gelificación.

- 45 La alquilcelulosa es un polímero que tiene las características de causar agregación o gelación termorreversible cuando se calienta en un estado disuelto en agua, y es hidrófilo a bajas temperaturas, pero pierde la hidrofiliidad o se vuelve hidrófobo a altas temperaturas. En particular, se sabe que la metilcelulosa tiene una interacción comparativamente pequeña en un amplio rango con un ingrediente activo de un producto químico aromático o similar, o con un surfactante o similar. Se considera que esto ocurre porque, por ejemplo, la metilcelulosa disuelta en un solvente tiene una estructura de cadena tal que restringe la rotación libre de la metilcelulosa en sí, y por lo tanto está restringida la interacción con un ingrediente activo de un aroma químico o similar, o con un surfactante o similar.

El contenido de la alquilcelulosa en la composición volátil es preferiblemente de 0.1 a 20% en peso, más preferiblemente de 0.5 a 10% en peso.

(2) Sustancia volátil

La sustancia volátil se selecciona de un ingrediente aromático, un ingrediente insecticida, un ingrediente de control de insectos y un ingrediente repelente de insectos. Ejemplos del ingrediente aromático incluyen vainillina, aceite de naranja, α -pineno, limoneno, formiato de etilo y benzoato de linalilo. Ejemplos del ingrediente insecticida o el ingrediente de control de insectos incluyen p-diclorobenceno, naftalina, teraletrina, aletrina y praletrina. Ejemplos del ingrediente repelente de insectos incluyen cariofileno, eugenol, metilcavicol y metil cinamato. El contenido de la sustancia volátil en la composición volátil es preferiblemente de 0.01 a 40% en peso, más preferiblemente de 0.5 a 10% en peso.

(3) Solvente

El solvente se selecciona de solventes de agua y alcohol y solventes de glicol éter. Por ejemplo, desde el punto de vista de la presión de vapor, la seguridad, el punto de fusión y menos olor a solvente, los preferidos son los solventes alcohólicos inferiores, tales como metanol, etanol, 1-propanol y 2-propanol; y solventes de glicol éter, tales como 3-metoxi-3-metil-1-butanol, 3-metoxi-1-butanol, propilenglicol monometil éter, propilenglicol monoetil éter, propilenglicol monobutil éter, etilenglicol monometil éter, etilenglicol monoetil éter y etilenglicol monobutil éter. El solvente se puede usar solo o en una combinación de dos o más.

El contenido del solvente en la composición volátil es preferiblemente de 40 a 95% en peso, más preferiblemente de 60 a 90% en peso.

(4) Otros

La composición volátil puede comprender un agente gelificante opcional. Ejemplos de agente gelificante incluyen agar, proteoglicano, glicoproteína, ácido péctico, ácido pectínico, ácido alginico, carragenina, goma gelán, goma guar, goma de xantano, goma de algarrobo, pectina, gelatina, caseína, almidón, galactomanano, carboximetil celulosa, hidroxipropil celulosa, hidroxipropil metil celulosa y ácidos poliacrílicos. El agente gelificante puede usarse individualmente o en una combinación de dos o más.

El contenido del agente gelificante en la composición volátil es preferiblemente de 0.1 a 30% en peso, más preferiblemente de 1 a 10% en peso.

La composición volátil puede comprender además una sal inorgánica opcional, una sustancia solubilizante opcional o una sustancia emulsionante opcional. El contenido de la sal o cada sustancia en la composición volátil es preferiblemente de 0.5 a 20% en peso, más preferiblemente de 1 a 10% en peso.

La sal inorgánica se ejemplifica con cloruro de sodio y sulfato de magnesio, y puede controlar la temperatura de agregación o gelificación.

Ejemplos de la sustancia solubilizante incluyen surfactantes no iónicos tales como polioxietilen alquil éteres, polioxietileno alquil fenil éteres, polioxietilenestiril fenil éteres, polioxietilen-polioxipropilenglicoles, ésteres parciales de ácidos grasos con alcohol polihídrico, ésteres de ácidos grasos de polioxietileno, aceites de ricino polioxietilenados y polioxietilén alquilaminas; y surfactantes aniónicos tales como sales de ácidos grasos, sulfonatos de alquilbenceno, sulfonatos de alquilo, sulfosuccinatos de dialquilo, alquilsulfatos, sulfatos de polioxietilen alquil éter y alquilsulfatos.

Cuando la composición volátil se prepara en forma de solución, tal sustancia solubilizante se puede agregar para ayudar a disolver la composición.

Ejemplos de la sustancia emulsionante incluyen dichos surfactantes, caseína, lecitina, goma arábiga, surfactantes catiónicos, glicoles y lanolina.

La composición volátil puede prepararse en forma de solución disolviendo la alquilcelulosa en un solvente acuoso tal como agua o en un solvente volátil, o puede prepararse en forma de gel agregando directamente la alquilcelulosa a una composición acuosa que contiene un ingrediente volátil o un solvente volátil.

En una realización preferida de la composición volátil líquida, la composición volátil se coloca en un recipiente y permite que un ingrediente volátil se volatilice a través de microporos o capilares presentes en papel, fibras, una tela no tejida, un producto de resina soldado, cerámica, un metal sinterizado, o similar. El mecanismo de supresión de la volatilización en este caso se considera como sigue: Agregados o geles de alquil celulosa a medida que aumenta la temperatura, y se adhieren a los microporos o capilares para evitar que el líquido que contiene una sustancia volátil se mueva y se volatilice.

En una realización preferida de la composición volátil de gel, la composición volátil se coloca en un recipiente de boca abierta tal como un recipiente de vidrio, plástico o metal de boca abierta, y permite que un ingrediente volátil se volatilice a través de la boca abierta sin los microporos o capilares. El mecanismo de supresión de la volatilización en este caso se considera como sigue: agregados o geles de alquilcelulosa a medida que aumenta la temperatura, de tal manera que se forma una estructura similar a una película sobre la superficie de la composición volátil, o la viscosidad de todo el sistema es aumentado, lo que dificulta que un ingrediente volátil en la composición volátil se mueva a la superficie.

Ejemplos

Los Ejemplos de síntesis y los Ejemplos de síntesis comparativa de metilcelulosa se presentarán a continuación, y la presente invención se explicará con más detalle con referencia a los Ejemplos y Ejemplos comparativos. No debe interpretarse que la invención está limitada a o por los Ejemplos de síntesis y los Ejemplos.

5 <Ejemplo de síntesis 1>

Una pulpa de madera que tiene una viscosidad intrínseca de 1,350 ml/g se pulverizó mediante un pulverizador para obtener un polvo de pulpa de celulosa. Del polvo de pulpa de celulosa, el polvo de pulpa de celulosa en una cantidad correspondiente a 6.0 kg de componente de celulosa se colocó en un reactor resistente a la presión con agitación interna con una camisa. La sustitución de nitrógeno se llevó a cabo utilizando la evacuación para eliminar completamente el oxígeno en el reactor.

A continuación, el reactor se agitó mientras se ajustaba la temperatura interior del reactor a 60°C. Se añadió una solución acuosa de hidróxido de sodio al 49% en peso como primera solución de hidróxido de metal alcalino a la celulosa a una tasa de adición de 10.48 [mol/mol·hora]. Como resultado, una relación molar de un primer hidróxido de sodio a la celulosa (primer hidróxido de sodio/celulosa) se convirtió en 2.62, y se obtuvo celulosa alcalina.

Subsecuentemente, se agregaron 2.4 kg de dimetil éter y la temperatura interior del reactor se controló para mantener la temperatura interior del reactor a 60 °C. Después de la adición de dimetil éter, se añadió cloruro de metilo durante 60 minutos, mientras se aumentaba la temperatura interior del reactor de 60 °C a 80 °C. Como resultado, una relación molar de la cantidad de cloruro de metilo a la cantidad total del primer y el posterior segundo hidróxidos de sodio (cloruro de metilo/hidróxido de sodio total) se convirtió en 1.1, y se obtuvo una primera mezcla de reacción. Después de la adición de cloruro de metilo, se añadió una solución acuosa de hidróxido de sodio al 49% en peso como una segunda solución de hidróxido de metal alcalino a una tasa de adición de 3.20 [mol/mol·hora]. Como resultado, una relación molar de un segundo hidróxido de sodio a la celulosa (segundo hidróxido de sodio/celulosa) se convirtió en 1.60, y se obtuvo una segunda mezcla de reacción. La temperatura interior del reactor fue de 77 °C al comienzo de la adición de la segunda solución de hidróxido de sodio, y de 89 °C al finalizar la adición. La temperatura interior del reactor se incrementó a 24°C/hora desde el comienzo hasta la finalización de la adición de la segunda solución acuosa de hidróxido de sodio. Después de completar la adición de la segunda solución acuosa de hidróxido de sodio, se continuó la agitación durante 30 minutos para completar la eterificación. La relación del peso del primer hidróxido de sodio en la primera solución acuosa de hidróxido de sodio al peso total del primer y segundo hidróxidos de sodio en la primera y la segunda soluciones acuosas de hidróxido de sodio fue de 62.1%.

La segunda mezcla de reacción obtenida se convirtió en una suspensión añadiendo agua caliente a 95 °C, luego se lavó con un filtro de presión rotativo y se secó con un secador de aire. El producto seco se pulverizó con un molino de bolas y se clasificó a través de tamices para obtener metilcelulosa.

La metilcelulosa obtenida tuvo un DS de 1.81 y la viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 1% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield fue de 4,300 mPa·s (la viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 2% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield fue de 59,000 mPa·s). Se determinó que el módulo de elasticidad de almacenamiento $G'(65\text{ °C})$ a 65 °C de una solución acuosa al 1.5% en peso de metilcelulosa era de 3,000 Pa, y la temperatura de gelificación fue de 48 °C. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo de síntesis 2>

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo de síntesis 1 para obtener metilcelulosa, excepto que se utilizó un polvo de pulpa de celulosa preparado pulverizando una pulpa de madera con una viscosidad intrínseca de 1,600 ml/g con un pulverizador.

La metilcelulosa obtenida tuvo un DS de 1.82 y la viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 1% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield fue de 7,200 mPa·s (la viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 2% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield fue de 99,000 mPa·s). El módulo elástico de almacenamiento $G'(65\text{ °C})$ a 65 °C de una solución acuosa al 1.5% en peso de la metilcelulosa se determinó que era de 3.500 Pa, y la temperatura de gelificación era de 46 °C. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo de síntesis 3>

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo de síntesis 1 para obtener metilcelulosa, excepto que se usó un polvo de pulpa de celulosa preparado pulverizando una pulpa de madera que tiene una viscosidad intrínseca de 2,000 ml/g con un pulverizador.

La metilcelulosa obtenida tuvo un DS de 1.83 y la viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 1% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield fue de 11,000 mPa·s (la viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 2% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield fue de 150,000 mPa·s). Se determinó que el módulo elástico de almacenamiento $G'(65\text{ °C})$ a 65°C de una solución acuosa al 1.5% en peso de metilcelulosa era de 4,500 Pa, y la temperatura de gelificación era de 50°C. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo de síntesis 4>

Se colocó una pulpa de celulosa en un reactor de la misma manera que en el Ejemplo de síntesis 1, excepto que se usó un polvo de pulpa de celulosa preparado pulverizando una pulpa de madera con una viscosidad intrínseca de 1,400 ml/g con un pulverizador. El reactor se agitó mientras se ajustaba la temperatura interior del reactor a 55°C. Se

añadió una solución acuosa de hidróxido de sodio al 49% en peso como primera solución de hidróxido de metal alcalino a una tasa de adición de 12.04 [mol/mol·hora]. Como resultado, la relación molar de un primer hidróxido de sodio a la celulosa (primer hidróxido de sodio/celulosa) se convirtió en 3.01, y se obtuvo celulosa alcalina.

Subsecuentemente, se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo de síntesis 1 para obtener una primera mezcla de reacción. A continuación, se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo de síntesis 1 para obtener una segunda mezcla de reacción, excepto que la temperatura interior del reactor era de 81 °C al comienzo de la adición de la segunda solución acuosa de hidróxido de sodio, la temperatura interior del reactor estaba a 89 °C al completar la adición, la temperatura interior del reactor se incrementó a 16.4 °C/hora desde el inicio hasta la finalización de la adición de la segunda solución acuosa de hidróxido de sodio, se agregó la segunda solución acuosa de hidróxido de sodio a una tasa de adición de 2.58 [mol/mol·hora], y como resultado, una relación molar del segundo hidróxido de sodio a la celulosa (segundo hidróxido de sodio/celulosa) se convirtió en 1.26. La relación entre el peso del primer hidróxido de sodio en la primera solución acuosa de hidróxido de sodio y el peso total del primer y segundo hidróxidos de sodio en la primera y la segunda solución acuosa de hidróxido de sodio fue del 70.5%.

La segunda mezcla de reacción obtenida se purificó luego y se pulverizó de la misma manera que en el Ejemplo de síntesis 1, y se obtuvo metilcelulosa. Las condiciones experimentales se muestran en la Tabla 1.

La metilcelulosa obtenida tuvo un DS de 1.85 y la viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 1% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield fue de 6.000 mPa·s (la viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 2% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield fue de 82.000 mPa·s). El módulo de elasticidad de almacenamiento $G'(65\text{ °C})$ a 65 °C de una solución acuosa al 1.5% en peso de metilcelulosa se determinó que era de 3,300 Pa, y la temperatura de gelificación fue de 53 °C. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo de síntesis 5>

De la misma manera que en el Ejemplo de síntesis 4, se colocó una pulpa de celulosa en un reactor. El reactor se agitó mientras se ajustaba la temperatura del reactor a 55°C. Se añadió una solución acuosa de hidróxido de sodio al 49% en peso como una primera solución de hidróxido de metal alcalino a una tasa de adición de 11.39 [mol/mol·hora]. Como resultado, una relación molar de un primer hidróxido de sodio a la celulosa (primer hidróxido de sodio/celulosa) se convirtió en 2.85, y se obtuvo celulosa alcalina.

Subsecuentemente, se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo de síntesis 1 para obtener una primera mezcla de reacción. A continuación, se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo de síntesis 1 para obtener una segunda mezcla de reacción, excepto que la temperatura interior del reactor fue de 79 °C al comienzo de la adición de la segunda solución acuosa de hidróxido de sodio y 91 °C al completar la adición, la temperatura interior del reactor se incrementó a 24 °C/hora desde el inicio hasta la finalización de la adición de la segunda solución acuosa de hidróxido de sodio, la segunda solución acuosa de hidróxido de sodio se agregó a una tasa de adición de 2.80 [mol/mol·hora], y como resultado, una relación molar del segundo hidróxido de sodio y la celulosa (segundo hidróxido de sodio/celulosa) se convirtió en 1.40. La relación del peso del primer hidróxido de sodio en la primera solución acuosa de hidróxido de sodio al peso total del primer y segundo hidróxidos de sodio en la primera y la segunda solución acuosa de hidróxido de sodio fue de 67.0%.

La segunda mezcla de reacción obtenida se purificó luego y se pulverizó de la misma manera que en el Ejemplo de síntesis 1 para obtener metilcelulosa. Las condiciones experimentales se muestran en la Tabla 1.

La metilcelulosa obtenida tuvo un DS de 1.82 y la viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 1% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield fue de 6,050 mPa·s (la viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 2% en peso de la misma determinada por un viscosímetro Brookfield fue de 82,500 mPa·s). El módulo de elasticidad de almacenamiento $G'(65\text{ °C})$ a 65 °C de una solución acuosa al 1.5% en peso de metilcelulosa se determinó que era 3.300 Pa, y la temperatura de gelificación fue de 51 °C. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

	condiciones de producción						propiedades					
	adición de cloruro de metilo	un primer NaOH			un segundo NaOH			grado de sustitución de metoxi (DS)	viscosidad de 1% en peso de solución acuosa determinada por un viscosímetro Brookfield.	módulo de elasticidad de almacenamiento G'(65°C) de solución acuosa al 1.5% en peso	temperatura de gelificación de solución acuosa al 1.5% en peso.	
		relación en peso de primer NaOH a cantidad total de primer y segundo NaOH	relación molar del primer NaOH a celulosa	tasa de adición del primer NaOH a la celulosa.	relación molar del segundo NaOH a celulosa	tasa de adición del segundo NaOH a la celulosa.	temperatura interior del reactor al inicio de la adición					tasa de aumento de temperatura
		(%)	(mol/mol·hora)	(mol/mol·hora)	(mol/mol·hora)	(°C)	(°C/hr)		(mPa·s)	(Pa)	(°C)	
Ej. de Sint. 1	un escenario	62.1	2.62	10.48	1.60	3.20	77	24	1.81	4,300	3,000	48
Ej. de Sint. 2	un escenario	62.1	2.62	10.48	1.60	3.20	77	24	1.82	7,200	3,500	46
Ej. de Sint. 3	un escenario	62.1	2.62	10.48	1.60	3.20	77	24	1.83	11,000	4,500	50
Ej. de Sint. 4	un escenario	70.5	3.01	12.04	1.26	2.58	81	16.4	1.85	6,000	3,300	53
Ej. de Sint. 5	un escenario	67.0	2.85	11.39	1.40	2.80	79	24	1.82	6,050	3,300	51

<Ejemplo 1>

En el mismo método que el método de preparación de la solución de muestra para el módulo elástico de almacenamiento G'(65 °C), se preparó una solución acuosa al 1.5% en peso de la metilcelulosa obtenida en el Ejemplo de síntesis 1.

- 5 Los 100 g de la solución acuosa obtenida de la metilcelulosa y 0.5 g de esencia de vainilla (fabricada por Meidi-Ya Store) se colocaron y mezclaron en un vaso de precipitados de 100 ml para obtener una composición volátil que tiene una concentración de sustancia volátil del 0.5%. peso.

10 Los 40 g de la composición volátil se colocaron en una lámpara de alcohol que tiene un tamaño volumétrico de 70 ml. La temperatura de la lámpara de alcohol se controló en un baño de agua a temperatura constante, y la intensidad del olor se determinó cuantitativamente de 20 a 80 °C. La intensidad del olor se midió utilizando un sensor de olor portátil XP-329IIIR fabricado por New Cosmos Electric Co., Ltd. En cuanto al método de medición, la lámpara de alcohol se dejó reposar en cada baño de temperatura constante de 20 a 80 °C durante 30 minutos, luego la parte del sensor de un sensor de olor portátil se colocó en una posición de 1 cm de distancia de la tapa de la lámpara de alcohol, y se registró la intensidad del olor después de 30 segundos. Los resultados de la medición de la intensidad del olor a las 15 temperaturas respectivas se muestran en la FIGURA1.

<Ejemplo 2>

20 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1 para obtener una composición volátil, excepto que se usó la metilcelulosa obtenida en el Ejemplo de Síntesis 2. De la misma manera que en el Ejemplo 1, se usó un sensor de olor portátil para determinar la intensidad del olor a temperaturas de 20 a 80 °C. Los resultados se muestran en la Figura 1.

<Ejemplo 3>

25 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1 para obtener una composición volátil, excepto que se usó la metilcelulosa obtenida en el Ejemplo de Síntesis 3. De la misma manera que en el Ejemplo 1, se usó un sensor de olor portátil para determinar la intensidad del olor a temperaturas de 20 a 80 °C. Los resultados se muestran en la Figura 1.

<Ejemplo 4>

30 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1 para obtener una composición volátil, excepto que se usó la metilcelulosa obtenida en el Ejemplo de Síntesis 4. De la misma manera que en el Ejemplo 1, se usó un sensor de olor portátil para determinar la intensidad del olor a temperaturas de 20 a 80 °C. Los resultados se muestran en la Figura1.

<Ejemplo 5>

35 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1 para obtener una composición volátil, excepto que se usó la metilcelulosa obtenida en el Ejemplo de Síntesis 5. De la misma manera que en el Ejemplo 1, se usó un sensor de olor portátil para determinar la intensidad del olor a temperaturas de 20 a 80 °C. Los resultados se muestran en la Figura1.

<Ejemplo comparativo 1>

40 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1 para obtener una composición volátil, excepto que se usaron 100 g de agua destilada en lugar de la metilcelulosa. De la misma manera que en el Ejemplo 1, se usó un sensor de olor portátil para determinar la intensidad del olor a temperaturas de 20 a 80 °C. Los resultados se muestran en la Figura1.

<Ejemplo comparativo 2>

45 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1 para obtener una composición volátil, excepto que se usó metilcelulosa SM-15 fabricada por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. y descrita en el documento JP 06-207162A. De la misma manera que en el Ejemplo 1, se usó un sensor de olor portátil para determinar la intensidad del olor a temperaturas de 20 a 80 °C. Los resultados se muestran en la Figura1.

50 Las composiciones volátiles de los Ejemplos 1 a 5 suprimieron el aumento de la intensidad del olor cuando se calentaron a 40 °C o más, de modo que la cantidad de volatilización pudo controlarse. En contraste, las composiciones volátiles de los Ejemplos comparativos 1 y 2 aumentaron la intensidad del olor a 40 °C o más, y la cantidad de volatilización no pudo ser controlada. Es evidente a partir de los resultados que cuando se usan las composiciones volátiles de los Ejemplos 1 a 5, por ejemplo, como ambientador para coches en un entorno en el que la temperatura en un coche estacionado bajo un sol abrasador alcanza aproximadamente 40 a 80 °C. Las composiciones volátiles pueden controlar la cantidad de volatilización y pueden reducir la diferencia en las cantidades de volatilización dentro de un amplio rango de temperatura desde la temperatura normal.

REIVINDICACIONES

1. Una composición volátil que comprende:

una alquilcelulosa que tiene una viscosidad tal que una viscosidad a 20 °C de una solución acuosa al 1% en peso de la alquilcelulosa es de 4,000 a 11,000 mPa·s determinada por un viscosímetro Brookfield y que tiene un módulo elástico de almacenamiento tal que un módulo elástico de almacenamiento G' (65 °C) a 65 °C de una solución acuosa al 1.5% en peso de la alquilcelulosa es de 3,000 a 4,500 Pa;

una sustancia volátil seleccionada del grupo que consiste en un ingrediente aromático, un ingrediente insecticida, un ingrediente de control de insectos y un ingrediente repelente de insectos; y

un solvente seleccionado de agua, solventes de alcohol y solventes de glicol éter.

2. La composición volátil de acuerdo con la reivindicación 1, en la que una solución acuosa al 1.5% en peso de la alquilcelulosa tiene una temperatura de gelificación de 40 a 55°C.

3. La composición volátil de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que la alquilcelulosa es metilcelulosa que tiene un grado de sustitución (DS) del grupo alquilo de 1.61 a 2.03.

4. La composición volátil de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende además un agente gelificante.

FIG.1

