

PROCEDIMIENTO DE CONTROL DEL TIEMPO DE RETICULACIÓN DE UN GEL DE SILICONA DIFUSOR DE SUSTANCIA ORGÁNICA VOLÁTIL

Campo Técnico

[0001] La presente invención se refiere al campo de los artículos utilizados para perfumar o desodorizar el ambiente o la ropa, o como repelentes de insectos o insecticidas, que comprenden un material polimérico sólido que contiene una sustancia orgánica volátil. Más particularmente, la presente invención se relaciona con un gel de silicona anhidro transparente difusor de sustancias orgánicas volátiles, en donde dicho gel no comprende un agente de refuerzo ni un catalizador tóxico y presenta la ventaja de tener un tiempo de reticulación fácilmente controlable.

Estado de la Técnica

[0002] Existen numerosos tipos de dispositivos para liberar y/o difundir en el ambiente sustancias orgánicas volátiles tales como perfume, moléculas para absorber malos olores o incluso insecticidas. Estos dispositivos pueden tomar diferentes formas adaptadas a sus usos y pueden obtenerse de diferentes maneras. Generalmente, estos productos están constituidos por una matriz orgánica (especialmente polimérica) de tipo silicona.

[0003] Existen diferentes tecnologías actualmente para realizar este tipo de matriz orgánica polimérica, especialmente las matrices obtenidas a partir de elastómeros de silicona en las cuales se dispersan una o más sustancias orgánicas volátiles.

[0004] Un tipo preferido de elastómeros de silicona son los elastómeros de silicona vulcanizables en frío (EVF) formulados a partir de polidimetilsiloxanos (PDMS) reactivos de grado de polimerización variable. La reticulación se efectúa a temperatura ambiente utilizando un agente reticulante que reacciona con los grupos reactivos de las cadenas polisiloxánicas y un catalizador que permite controlar la reticulación. El elastómero es monocomponente (EVF1) o bien bicomponente en donde una de las dos partes contiene el catalizador (EVF2, también designados RTV por "Room Temperature Vulcanization"). Cuando el producto es monocomponente, la reacción de polimerización es activada mediante el contacto del producto con la humedad del aire. Cuando el producto es bicomponente, la reticulación no es activada por la humedad del aire. Comienza cuando los dos componentes se mezclan entre sí.

[0005] La patente japonesa N° 82-40 558 describe el procedimiento de fabricación de una matriz de elastómero de silicona destinada a difundir perfume en el ambiente. La composición de elastómero de silicona es mezclada con el perfume y luego por agregado de una sal organometálica, se activa la reticulación de la composición en un molde. La matriz así obtenida presenta una difusión no lineal del perfume debido a una incompatibilidad del polímero y de la composición de perfume.

[0006] La patente europea N° EP2247318 describe un gel anhidro transparente en forma de una red de silicona reticulada, que comprende una(s) sustancia(s) volátil(es), especialmente perfume y, sustancia(s) no volátil(es), y no comprende cargas o agentes de refuerzo. La reticulación del gel de silicona se obtiene mediante la presencia de un catalizador de tipo metálico tal como estaño, titanio o platino.

[0007] Sin embargo, muchos de estos dispositivos presentan inconvenientes importantes. Por ejemplo, la utilización de un catalizador principalmente metálico, hace que estos dispositivos sean potencialmente peligrosos para el medio ambiente debido a su toxicidad. Otros dispositivos requieren agentes de carga o agente de refuerzo que tienen el inconveniente de volver opacos los geles o aumentar su dureza. Ciertos dispositivos son opacos una vez formados, lo que los hace menos atractivos para los consumidores que desean productos transparentes. Para otros tipos de dispositivos, el problema estará relacionado con la cantidad de sustancia orgánica volátil que será limitada y por lo tanto menos eficaz en el espacio y en el tiempo.

[0008] El problema más importante con el cual se enfrentan los industriales, es que las matrices RTV poliméricas de tipo silicona obtenidas mediante la mezcla de dos partes distintas, requieren un tiempo de reticulación muy elevado, cuando se agrega muy poco agente reticulante, lo que es difícilmente gestionable a escala industrial. Actualmente, los industriales necesitan una tecnología que les permita controlar como deseen el tiempo de reticulación de las matrices poliméricas, y más particularmente acelerar dicho tiempo de reticulación, al mismo tiempo que se utiliza una muy pequeña cantidad de agente reticulante (lo cual es necesario para obtener un gel que no sea opaco y que no emita un olor desagradable de tipo pescado).

Resumen

[0009] La presente descripción viene a mejorar la situación presentada anteriormente al tiempo que resuelve varios problemas técnicos.

[0010] En efecto, la Solicitante ha descubierto que el agregado de una muy pequeña cantidad de ácido carboxílico en un sistema de dos partes para fabricar una matriz orgánica polimérica también denominada en la presente a continuación gel de silicona, permitía controlar el tiempo de reticulación de dicho sistema.

[0011] Así, la presente invención se relaciona con un procedimiento de preparación de un gel de silicona difusor de sustancia orgánica volátil preparado con un elastómero de silicona vulcanizable en frío, bicomponente, que no contiene catalizador metálico, y cuyo tiempo de reticulación se puede controlar.

[0012] Más precisamente, un primer objeto de la presente invención se relaciona con un procedimiento de preparación de un gel de silicona difusor de sustancia orgánica volátil, en donde dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:

- 1) Provisión de una parte A que comprende (i) de 10% a 89,99% en peso de un polímero dihidroxi PDMS que tiene una viscosidad medida a 25°C de entre 3000 y 100000 cSt (mm^2/s) y (ii) de 10% a 90% en peso de una mezcla que incluye un solvente volátil capaz de solubilizar el polímero dihidroxi PDMS y una sustancia orgánica volátil;
- 2) Provisión de una parte B que comprende (iii) de 10% a 30% en peso de MMT y (iv) de 70% a 90% en peso de un aceite de silicona PDMS no funcionalizada que tiene una viscosidad medida a 25°C de entre 10 y 245 cSt (mm^2/s) capaz de solubilizar el MMT;
- 3) Preparación de una mezcla que comprende de 95% a 99% en peso de la parte A y de 1% a 5% en peso de la parte B;

caracterizado porque la parte A comprende además de 0,01% a 5% en peso de un ácido carboxílico y no comprende catalizador metálico.

[0013] Un segundo objeto de la presente invención se relaciona con un gel de silicona susceptible de ser obtenido mediante el procedimiento objeto de la presente invención, caracterizado porque no comprende catalizador metálico.

[0014] Un tercer objeto de la presente invención se relaciona con el uso de un ácido carboxílico en un procedimiento de preparación de un gel de silicona difusor de sustancia orgánica volátil a partir de un elastómero de silicona vulcanizable en frío, bicomponente, para controlar el tiempo de reticulación de dicho elastómero.

[0015] Un cuarto objeto de la presente invención se relaciona con un kit para la puesta en práctica del procedimiento según la presente invención, caracterizado porque comprende:

- una parte A que comprende (i) de 10% a 89,99% en peso de un polímero dihidroxi PDMS que tiene una viscosidad medida a 25°C de entre 3000 y 100000 cSt (mm²/s) y (ii) de 10% a 90% en peso de una mezcla que incluye al menos un solvente volátil capaz de solubilizar el polímero dihidroxi PDMS y una sustancia orgánica volátil;

- una parte B que comprende (iii) de 10% a 30% en peso de MMT y (iv) de 70% a 90% en peso de un aceite de silicona PDMS no funcionalizada que tiene una viscosidad medida a 25°C de entre 10 y 245 cSt (mm²/s) capaz de solubilizar el MMT;

caracterizado porque la parte A comprende además de 0,01% a 5% en peso de un ácido carboxílico y no comprende catalizador metálico y porque la parte A y la parte B están físicamente separadas entre sí.

Breve descripción de los dibujos

[0016] Otras características, detalles y ventajas se evidenciarán con la lectura de la descripción detallada siguiente y el análisis de los dibujos adjuntos, en los que:

Fig. 1

[0017] La Fig. 1 muestra el efecto del agregado de ácido mirístico sobre el tiempo de reticulación.

Fig. 2

[0018] La Fig. 2 muestra la ratio molar de ácido carboxílico/N-morfolinometil trietoxisilano (MMT).

Descripción detallada de las formas de realización de la invención

[0019] El gel de silicona difusor de sustancias orgánicas volátiles según la presente invención es un gel obtenido a partir de un sistema bicomponente reticulable a temperatura ambiente (RTV). Tales sistemas típicamente se acondicionan o envasan en dos partes distintas y separadas físicamente, a saber, una parte que comprende un elastómero de silicona reticulable (parte A) y una parte reticulante (parte B). El gel de silicona se prepara mezclando las dos partes en conjunto, luego dejando formarse el gel, por ejemplo dentro

de un molde. Las composiciones de silicona reticulables según la presente invención son polímeros de silicona funcionalizados.

[0020] Según la presente invención, el gel de silicona difusor de sustancia orgánica volátil se prepara de la siguiente manera:

1) Provisión de una parte A que comprende (i) de 10% a 89,99% en peso de un polímero dihidroxi PDMS que tiene una viscosidad medida a 25°C de entre 3000 y 100000 cSt (mm²/s) y (ii) de 10% a 90% en peso de una mezcla que incluye un solvente volátil capaz de solubilizar el polímero dihidroxi PDMS y una sustancia orgánica volátil;

2) Provisión de una parte B que comprende (iii) de 10% a 30% en peso de MMT y (iv) de 70% a 90% en peso de un aceite de silicona PDMS no funcionalizada que tiene una viscosidad medida a 25°C de entre 10 y 245 cSt (mm²/s) capaz de solubilizar el MMT;

3) Preparación de una mezcla que contiene de 95% a 99% en peso de la parte A y de 1% a 5% en peso de la parte B;

en donde la parte A comprende además de 0,01% a 5% de un ácido carboxílico y no comprende catalizador metálico.

[0021] Por gel, se entiende una composición homogénea elástica que forma una red que presenta una resistencia relativa inferior a 20 g/mm, en particular inferior a 15 g/mm, preferiblemente inferior a 10 g/mm. La resistencia relativa del gel se mide a 25°C con un texturómetro.

[0022] Por ejemplo, puede utilizarse el Texturómetro TA-XT de la compañía RHEO en el modo “medir fuerza de compresión” con una sonda cilíndrica de acero inoxidable Stable Micro Systems SMS P/6 de 6 mm; velocidad del ensayo 0,50 mm/seg; modo diana: distancia; modo ruptura: Tasa; y sensibilidad de ruptura 5,0 g.

[0023] Parte A

[0024] La parte A comprende de 10% a 89,99% en peso de un polímero dihidroxi PDMS que tiene una viscosidad medida a 25°C de entre 3000 y 100000 cSt (mm²/s) (medida a 25 °C). En el marco de la presente invención, dichos polímeros siliconados funcionalizados son polidimetilsiloxanos funcionalizados en sus extremos por un grupo hidroxilo (también denominados dihidroxi PDMS) que tienen una viscosidad comprendida entre 3000 y 100000 cSt (mm²/s). Su viscosidad medida a 25°C puede estar comprendida entre 3000 y

75000 cSt (mm^2/s), entre 3000 y 50000 cSt (mm^2/s), entre 3000 y 35000 cSt (mm^2/s), entre 3000 y 10000 cSt (mm^2/s), entre 3000 y 9000 cSt (mm^2/s), entre 4000 y 8000 cSt (mm^2/s), entre 5000 y 7000 cSt (mm^2/s). Preferiblemente, el polímero dihidroxi PDMS tiene una viscosidad medida a 25°C aproximadamente igual a 6000 cSt (mm^2/s). La viscosidad del polímero dihidroxi PDMS, que está expresada como viscosidad cinemática en cSt (mm^2/s), se mide como viscosidad dinámica (unidades Pa-seg) a 25°C con un reómetro TA Instruments Discovery HR2 y con el método estándar provisto por la norma DIN 53019 (2008) (comprendiendo su calibración), y luego se convierte la viscosidad dinámica en la viscosidad cinemática dividiendo la primera por la densidad del polímero dihidroxi PDMS.

[0025] La ventaja de la presente invención en comparación con los sistemas existentes es que dicho sistema no necesita el agregado de un catalizador metálico para realizar la reticulación, especialmente un catalizador de estaño.

[0026] Además, la parte A comprende de 10% a 90% en peso de una mezcla que incluye un solvente volátil capaz de solubilizar el polímero dihidroxi PDMS y una sustancia orgánica volátil.

[0027] Por “sustancia orgánica volátil” se entiende un producto que contiene una o varias moléculas orgánicas, que posee una tensión de vapor superior a la presión atmosférica a temperatura ambiente, es decir a 25°C. La sustancia orgánica volátil utilizada según la invención puede ser elegida entre un perfume, un agente enmascarador de olor o un insecticida. Preferiblemente, se trata de un perfume.

[0028] El perfume puede estar elegido entre una gran cantidad de compuestos odoríferos. El perfume según la invención puede ser uno o una combinación de varios compuestos odoríferos. Dichos compuestos odoríferos están mencionados por ejemplo, en S. Arctander, “Perfume and Flavor Chemicals” (Montclair, N.J., 1969), o incluso en “Common Fragrance and Flavor Materials”, Wiley-VCH, Weinheim, 2006.

[0029] Los ejemplos no limitativos de estos últimos son los compuestos que pertenecen a las siguientes familias:

- hidrocarburos aromáticos, terpenos y/o sesquiterpenos, en particular aceites esenciales que contienen estas moléculas y en particular aceites esenciales de cítricos (limón, naranja, pomelo, bergamota), de nuez moscada, etc.

- alcoholes aromáticos y en particular alcohol bencílico, alcohol feniletílico y alcohol fenilpropílico,
- alcoholes y, en particular, linalool no aromático cíclico o acíclico, saturado o insaturado, primario, secundario o terciario, citronelol, geraniol, nerol, dihidromircenol, terpineol y alcoholes grasos alicíclicos cuya cadena contiene de 4 a 10 átomos de carbono.
- aldehídos y especialmente aldehídos grasos alicíclicos saturados e insaturados cuya cadena carbonada contiene de 4 a 12 átomos de carbono, aldehídos aromáticos tales como cinamaldehído, alfa-amilcinamaldehído y aldehídos aromáticos de alfa-hexilcinamaldehído, lialial y fenólicos tales como vainillina y etilvanillina,
- fenoles y en particular fenoles aromáticos tal como eugenol e isoeugenol, así como los éteres metílicos relacionados con los mismos,
- ésteres de ácidos carboxílicos, en particular ésteres acéticos de alcohol bencílico, geraniol, citronelol, nerol, terpineol, borneol o linalool,
- ésteres de ácidos aromáticos tales como benzoatos y salicilatos, así como cinamatos esterificados con alcoholes de la serie alifática que contienen una cadena de 1 a 6 átomos de carbono,
- ácidos aromáticos del fenol principalmente en su forma de lactona aromática, tal como cumarina y dihidrocumarina,
- ácidos carboxílicos de alcohol en su forma de lactona, y dodeca-lactonas, más en particular octa-, undeca- y dodeca-lactonas gamma, delta-deca, undeca- delta y delta en su forma saturada o insaturada,
- compuestos macrocíclicos en los que la cadena de carbono contiene de 12 a 16 átomos de carbono
- éteres y acetales en su forma acíclica o cíclica, y en particular acetales aromáticos y no aromáticos de aldehídos que contienen una cadena carbonada de 4 a 10 átomos de carbono, así como éteres cíclicos de furano sustituido y pirano sustituido o no sustituido,

- compuestos heterocíclicos que contienen un átomo de nitrógeno, y en particular derivados de indol, así como compuestos heterocíclicos que contienen 2 átomos de nitrógeno, y en particular aquellos de la serie de las pirazinas,
- cetonas, en particular cetonas aromáticas tales como 4-(p-hidroxifenil)-2-butanona y cetonas no aromáticas cíclicas o acíclicas, saturadas o insaturadas y en particular aquellas de la serie de las pirazinas,
- sulfuros, disulfuros y mercaptanos aromáticos o no aromáticos.

[0030] Se entiende por “agente enmascarador de olor” o “agente neutralizador de olor” un agente capaz de reducir o eliminar la percepción de un mal olor generado por una o varias moléculas que integran la composición de un producto.

[0031] El agente enmascarador de olor puede ser elegido de: a) monoésteres; b) di- y/o triésteres; c) alcoholes, ventajosamente los mono-alcoholes, que comprenden 1 a 30 átomos de carbono, en donde dichos átomos de carbono forman una cadena lineal o ramificada que contiene eventualmente una o más insaturaciones en forma de dobles enlaces, y que comprende eventualmente una estructura cíclica de 5 o 6 eslabones, saturada o total o parcialmente insaturada; d) aldehídos y/o cetonas, en particular los aldehídos y/o cetonas de fórmula $R-CO-R_b$, en la cual R representa una cadena hidrocarbonada que contiene de 1 a 6 átomos de carbono, lineal o ramificada, que comprende eventualmente una o más insaturaciones en forma de enlaces dobles, y R_b representa un átomo de hidrógeno, una cadena hidrocarbonada cíclica o bien una cadena hidrocarbonada lineal o ramificada, eventualmente, pero preferiblemente, sustituida con una estructura cíclica, R que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, que comprende eventualmente una o más insaturaciones en forma de enlaces dobles y que está eventualmente sustituida por uno o más grupos hidroxilo; y e) los terpenos.

[0032] Se entiende por “insecticida” una sustancia activa o una preparación que tiene la propiedad de matar insectos y más particularmente los mosquitos, u otros invertebrados (ácaros, miriápodos). El insecticida puede obtenerse mediante síntesis química o de origen vegetal. En el marco de la presente invención, el insecticida es de origen vegetal. Puede ser elegido entre el limoneno o el geraniol.

[0033] La concentración de la sustancia orgánica volátil en el solvente volátil puede ser de 0,05% a 50% en peso, en particular de 1% a 45% en peso, en particular de 2% a 40% en

peso, en particular de 3% a 35% en peso, en particular de 5% a 30% en peso, o bien en particular de 10% a 45% en peso, en particular de 15% a 40% en peso, en particular de 20% a 35% en peso en relación con el peso total de la parte A.

[0034] El solvente volátil según la invención puede ser elegido entre un gran número de solventes y puede ser uno o una combinación de varios solventes. Preferiblemente, el solvente volátil es inodoro o muy poco oloroso. En todos los casos, el solvente volátil debe ser capaz de solubilizar el dihidroxi PDMS.

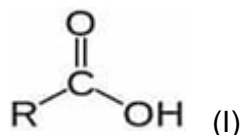
[0035] En una primera forma de realización de la invención, el solvente volátil capaz de solubilizar el hidroxil PDMS es elegido entre los solventes apolares, tales como las isoparafinas de C7 a C12, la silicona hexametil disiloxano, octametil trisiloxano, decametil tetrasiloxano, octametil ciclotetrasiloxano, decametil ciclopentasiloxano, decametil ciclohexasiloxano, hexano. Los ejemplos comerciales de isoparafinas volátiles son l'ISOPAR C® a l'ISOPAR P® de la compañía EXXON CHEMICAL, con Flash Point, de 40 a 100°C. Preferiblemente, el solvente volátil es la isoparafina C10-12.

[0036] En una segunda forma de realización de la invención, el solvente volátil capaz de solubilizar el hidroxil PDMS es elegido entre los alcanos de bajo peso molecular y los solventes poco polares, tales como los ésteres de ácidos grasos tales como miristato de isopropilo, miristato de butilo, oleato de isobutilo, oleato de isopropilo y adipato de diisopropilo.

[0037] Además, la parte A del sistema comprende de 0,01% a 5% en peso de un ácido carboxílico, en particular 0,02%, 0,03%, 0,04%, 0,05%, 0,06%, 0,07%, 0,08%, 0,09%, 0,10%, 0,11%, 0,12%, 0,13%, 0,14%, 0,15%, 0,16%, 0,17%, 0,18%, 0,19%, 0,20%, 0,21%, 0,22%, 0,23%, 0,24%, 0,25%, 0,26%, 0,27%, 0,28%, 0,29%, 0,30%, 0,31%, 0,32%, 0,33%, 0,34%, 0,35%, 0,36%, 0,37%, 0,38%, 0,39%, 0,40%, 0,50%, 1%, 1,50%, 2%, 2,50%, 3%, 3,50%, 4%, 4,50% o 5%.

[0038] El ácido carboxílico permite controlar el tiempo de reticulación del elastómero de silicona ajustando la cantidad del ácido carboxílico empleado. Cuanto más elevada la cantidad de ácido, más breve el tiempo de reticulación. El ácido carboxílico permite así acelerar el tiempo de reticulación del elastómero de silicona.

[0039] El ácido carboxílico es elegido principalmente entre los ácidos carboxílicos de la fórmula (I) siguiente:



en la cual R representa un hidrógeno, un alquilo de C1-C17 lineal o ramificado, un alquenilo de C5-C17 lineal o ramificado, en particular un alquenilo C4-C5 ramificado, o un grupo fenilo.

[0040] El ácido carboxílico puede ser elegido entre el ácido esteárico, ácido oleico, ácido palmítico, ácido mirístico, ácido láurico, ácido undecilénico, ácido cáprico, ácido metil-2-pentenoico, ácido acético, ácido fórmico, ácido isovalérico, ácido metil-2-butírico o ácido fenilacético.

[0041] En una forma de realización preferida, el ácido carboxílico es el ácido mirístico.

[0042] En una forma de realización preferida, el ácido carboxílico está presente entre 0,02% y 1% en peso en relación con el peso de la parte A. En una forma de realización aún más preferida, el ácido carboxílico está presente entre 0,05% y 0,5% en peso en relación con el peso de la parte A.

[0043] Parte B

[0044] La parte B del sistema comprende de 10% a 30% de N-morfolinometil-trietoxisilano (MMT). Este compuesto juega el rol de agente de reticulación en el seno del sistema. Este agente de reticulación se diluye en un solvente que consiste en un aceite de silicona PDMS no funcionalizada que tiene una viscosidad de entre 10 y 245 cSt (mm²/s) (medida a 25°C) capaz de solubilizar dicho MMT. La viscosidad del aceite de silicona PDMS no funcionalizada, que está expresada como viscosidad cinemática cSt (mm²/s), se mide como viscosidad dinámica (unidades Pa·seg) a 25°C con un reómetro TA Instruments Discovery HR-2 y el método estándar provisto por la norma DIN 53019 (2008) (comprendida su calibración), y luego se convierte la viscosidad dinámica en viscosidad cinemática dividiendo la primera por la densidad del aceite de silicona PDMS no funcionalizada. El solvente está, por su parte, presente en una cantidad comprendida entre 70% y 90% de la parte B.

[0045] Preferiblemente, el aceite de silicona PDMS no funcionalizada tiene una viscosidad medida a 25°C de 10 cSt (mm²/s).

[0046] La Solicitante constató que existía una ratio molar ventajosa entre la cantidad de ácido carboxílico y la cantidad de MMT utilizada en el procedimiento de la presente invención. Esta ratio molar ventajosa entre la cantidad de ácido carboxílico y la cantidad de MMT está comprendida entre 0,1 y 1. En una forma de realización particular de la invención, la ratio entre la cantidad de ácido carboxílico y la cantidad de MMT está comprendida entre 0,1 y 1. Una ratio superior a 0,1 permite obtener buenos tiempos de reticulación, es decir inferiores a 2 horas, y esto sin utilizar demasiado ácido carboxílico. Cuando la ratio está más allá de 1, el agregado de ácido carboxílico tiene menos efecto sobre el tiempo de reticulación.

[0047] Un segundo objeto se relaciona con un gel de silicona susceptible de ser obtenido mediante el procedimiento objeto de la presente invención, caracterizado porque no comprende catalizador metálico.

[0048] El gel según la invención está caracterizado porque permite una difusión, es decir una liberación controlada en el tiempo y en el espacio de la sustancia orgánica volátil. Así, el gel puede utilizarse para perfumar o desodorizar el ambiente, la ropa o como repelente de insectos o insecticida. Preferiblemente, el gel se utiliza para perfumar el ambiente. Cuando se utiliza como producto de perfume o desodorante, el gel de silicona puede ser puesto en práctica en todo tipo de ambiente, especialmente en los locales de uso doméstico, comercial o industrial o dentro de un vehículo.

[0049] El gel de silicona según la presente invención está caracterizado porque presenta la ventaja de ser transparente.

[0050] Por transparente, se entiende un gel que presenta una turbidez del gel inferior a 40 NTU (unidades de turbidez nefelométrica) a 25°C, medida con un turbidímetro. Por “transparente” según la presente invención, no se quiere significar “sin color”. Así, un gel transparente puede ser un gel transparente y coloreado.

[0051] En una forma de realización preferida de la invención, la turbidez del gel es inferior a 20 NTU, más preferiblemente inferior a 12 NTU, lo más preferiblemente inferior a 8 NTU. La NTU (unidades de turbidez nefelométrica) es la unidad utilizada para describir la turbidez. Cuanto más importante es la difusión, más elevada es la turbidez. Por consiguiente, valores de NTU pequeños indican una elevada claridad, mientras que valores de NTU elevados indican una baja claridad. El procedimiento de medición de un turbidímetro se basa en una comparación de la intensidad de la luz difundida por muestra dentro de condiciones definidas, con la intensidad de la luz difundida por una suspensión de

referencia estándar, que es normalmente agua sin turbidez (agua destilada o agua destilada pasada a través de un filtro de membrana de tamaño 0,45 μm). El turbidímetro estará constituido por un nefelómetro con fuente luminosa que permite iluminar la muestra y uno o más detectores fotoeléctricos con un dispositivo de lectura para indicar la intensidad de la luz difundida en ángulo recto en relación con el trayecto de la luz incidente. El turbidímetro debe estar concebido de tal manera que poca luz parásita alcance el detector en ausencia de turbidez y debe estar exento de deriva significativa después de un breve período de calentamiento.

[0052] El turbidímetro, modelo 2100 y 2100A, de la sociedad Hach, se utiliza ampliamente y se lo reconoce como confiable; sin embargo, son aceptables otros instrumentos que respondan a los criterios de concepción anteriores, por ejemplo el Turbi-direct® comercializado por la sociedad Aqua litique.

[0053] Ventajosamente, el gel de silicona según la invención no comprende un agente de refuerzo.

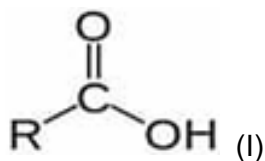
[0054] Ventajosamente, el gel de silicona según la invención presenta una resistencia relativa inferior a 20 g/mm.

[0055] Además, el gel según la invención es anhidro. Por anhidro, se entiende “sin agua”, es decir un gel en el cual no está presente agua en forma de hidrato o de agua de cristalización.

[0056] Un tercer objeto de la presente invención se relaciona con la utilización de un ácido carboxílico en un procedimiento de preparación de un gel de silicona difusor de sustancia orgánica volátil a partir de un elastómero de silicona vulcanizable en frío bicomponente para controlar el tiempo de reticulación de dicho elastómero.

[0057] No solamente el ácido carboxílico permite controlar el tiempo de reticulación, sino que más particularmente el mismo permite acelerar de manera controlada el tiempo de reticulación de dicho elastómero.

[0058] El ácido carboxílico utilizable en la presente invención es de la fórmula general (I) como sigue



en la cual R representa un hidrógeno, un alquilo de C1-C17 lineal o ramificado, un alquenilo de C5-C17 lineal o ramificado, en particular un alquenilo de C4-C5 ramificado, o un grupo fenilo.

[0059] En una forma de realización preferida, el ácido carboxílico utilizado se elige entre el ácido esteárico, ácido oleico, ácido palmítico, ácido mirístico, ácido láurico, ácido undecilénico, ácido cáprico, ácido metil-2-pentenoico, ácido acético, ácido fórmico, ácido isovalérico, ácido metil-2-butírico o ácido fenilacético. Preferiblemente, el ácido carboxílico es el ácido mirístico.

[0060] Un cuarto objeto de la presente invención se relaciona con un kit para la puesta en práctica del procedimiento según la presente invención, caracterizado porque comprende

- una parte A que comprende (i) de 10% a 89,99% en peso de un polímero dihidroxi PDMS que tiene una viscosidad medida a 25°C de entre 3000 y 100000 cSt (mm²/s) y (ii) de 10% a 90% en peso de una mezcla que incluye al menos un solvente volátil capaz de solubilizar el polímero dihidroxi PDMS y una sustancia orgánica volátil;

- una parte B que comprende (iii) de 10% a 30% en peso de MMT y (iv) de 70% a 90% en peso de un aceite de silicona PDMS no funcionalizada que tiene una viscosidad medida a 25°C entre 10 y 245 cSt (mm²/s) capaz de solubilizar el MMT ;

caracterizado porque la parte A comprende además de 0,01% a 5% en peso de un ácido carboxílico y no comprende catalizador metálico y porque la parte A y la parte B están separadas físicamente entre sí.

[0061] En el kit, las partes A y B son como se define precedentemente.

[0062] La invención se ilustra a continuación mediante los siguientes ejemplos, que no deben ser considerados como limitantes del alcance de la invención, y deben ser leídos con referencia a las figuras.

Ejemplos

[0063] Ejemplo 1 : Composición de la Parte A (Matriz de silicona) :

Dihidroxi PDMS (polímero adquirido a WACKER®, nombre comercial FD6 6000cSt (mm^2/s)) = 60g (60% en peso)

Perfume = 30 g (30% en peso)

Isopar L (Exxon) = 4,6 g (4,6% en peso)

Isopar M (Exxon) = 5 g (5% en peso)

Ácido Mirístico (MA) = 0,4 g (0,4% en peso)

El porcentaje de ácido mirístico preferido es 0,4% en peso, pero esta cantidad puede cambiar en función del perfume utilizado y del tiempo de reticulación deseado.

[0064] Ejemplo 2 : Composición de la Parte B (agente reticulante) :

Aceite de silicona 10 cSt (mm^2/s) = 85% en peso

MMT ((N-Morfolinometil) trietoxisilano) CAS N° 21743-27-1 = 15% en peso

Esta solución de agente reticulante es adquirida a WACKER® bajo el nombre HC1015 y es utilizada como tal.

[0065] Ejemplo 3 : Gel de silicona perfumado

Parte A según el Ejemplo 1 = 97% en peso

Parte B según el Ejemplo 2 = 3% en peso

Agregar la Parte B (agente reticulante) a la Parte A y mezclar hasta la obtención de una mezcla homogénea. Verter la mezcla en un contenedor de vidrio o de PET, cerrar y dejar formarse el gel.

[0066] Ejemplo 4 : Acción de diferentes ácidos

Para poner en evidencia el efecto similar de diferentes ácidos carboxílicos, se prepararon varios geles de silicona con la misma cantidad molar de ácido.

Se prepararon los geles según la fórmula y el procedimiento indicados en el Ejemplo 3. Para preparar estos geles, se reemplazó el perfume descrito en el Ejemplo 1 por una

cantidad equivalente de Isopar L. A continuación se cargó aproximadamente 1 g de esta mezcla en el reómetro para efectuar la medición del tiempo de reticulación.

[0067] Procedimiento de medición del tiempo de reticulación

Se midió el tiempo de reticulación con un reómetro TA-Instruments Discovery HR-2. La medición se realizó en el modo Oscilación-Tiempo y el tiempo de reticulación se tomó en la intersección del módulo elástico y las pérdidas G' y G''

[0068] El protocolo de medición del reómetro se describe a continuación:

- Geometría: 40,0 mm 3,9875° cono placa
- Modo: Oscilación-Tiempo
- Temperatura: 25°C
- Intervalo de muestreo: 30,0 s/pt
- Restricción: 1%
- Frecuencia: 1 Hz
- Gap : 110 μm

[0069]

Parte A = 97%				Parte B (% en peso)	Tiempo de reticulación (min)
% Polímero (% en peso)	Ácido utilizado	% Ácido (% en peso)	% Isopar L (% en peso)		
60%	Ácido C18 Esteárico	0,2%	39,8%	3%	13
60%	Ácido C14 Mirístico	0,16%	39,84%	3%	9
60%	Ácido C16 Palmítico	0,18%	39,82%	3%	11
60%	Ácido C12 Láurico	0,14%	39,86%	3%	9
60%	Ácido C18 Oleico	0,19%	39,81%	3%	13
60%	Ácido C10 Cáprico	0,12%	39,88%	3%	13
60%	Ácido C11 Undecilénico	0,13%	39,87%	3%	9

60%	Ácido C2 Acético	0,04%	39,96%	3%	10
60%	Ácido C1 Fórmico	0,03%	39,97%	3%	6
60%	Ácido fenilacético	0,08%	39,92%	3%	3
60%	Ácido Isovalérico	0,07%	39,93%	3%	11
60%	Ácido C05 Metil 2 butírico	0,07%	39,93%	3%	12

Este ejemplo permite poner en evidencia el hecho de que diversos ácidos carboxílicos de diferentes longitudes de cadena pueden utilizarse para reducir el tiempo de reticulación.

Además, se constata que la longitud de cadena del ácido carboxílico utilizado no tiene influencia sobre el tiempo de reticulación.

[0070] Ejemplo 5 : Control del tiempo de reticulación

[0071] Para poner en evidencia la posibilidad de controlar el tiempo de reticulación mediante el agregado de una muy pequeña cantidad de ácido carboxílico, se prepararon varios geles con diferentes cantidades de ácido mirístico.

Los geles se prepararon según la fórmula y el procedimiento indicados en el Ejemplo 3. Para preparar estos geles, se reemplazó el perfume descrito en el Ejemplo 1 por una cantidad equivalente de Isopar L. A continuación se cargó aproximadamente 1 g de esta mezcla en el reómetro para efectuar la medición del tiempo de reticulación, tal como se describe precedentemente.

[0072] Para poner en evidencia la posibilidad de controlar el tiempo de reticulación mediante el agregado de una muy pequeña cantidad de ácido mirístico.

[0073] Tabla 2: efecto del porcentaje de ácido mirístico sobre el tiempo de reticulación

Parte A = 97% en peso			Parte B 3% en peso Mezcla Aceite de silicona 10 cSt (mm ² /s)	Tiempo de reticulación en minutos
% Polímero (% en peso)	% Isopar L (% en peso)	% Ácido Mirístico (% en peso)		

			85% en peso / MMT 15% en peso	
60%	40%	0%	3%	277
60%	39,996%	0,016%	3%	80
60%	39,96%	0,04%	3%	34
60%	39,8%	0,2%	3%	11
60%	39,6%	0,4%	3%	5

[0074] Como se muestra en la Tabla 2 así como en la Figura 1, el agregado de una muy pequeña cantidad de ácido mirístico permite reducir el tiempo de reticulación de la mezcla matriz de silicona + agente reticulante (Parte A + Parte B). Cuanto mayor la cantidad de ácido, más breve el tiempo de reticulación. El usuario puede así controlar el tiempo de reticulación ajustando la cantidad agregada de ácido (aquí mirístico).

[0075] La Figura 2 representa la ratio molar (r) = n ácido/ n MMT. El gráfico representado en la Figura 2 es interesante cuando se desea saber qué cantidad de un ácido carboxílico dado debe utilizarse para obtener el tiempo de reticulación deseado.

[0076] Ejemplo 6 : Tiempo de reticulación de formulaciones perfumadas

[0077] Para poner en evidencia el hecho de que se puede controlar el tiempo de reticulación cuando se utilizan diferentes composiciones de perfumes, se prepararon varios geles según la fórmula dada en el Ejemplo 3.

[0078] Tabla 3: tiempo de reticulación obtenidos durante la realización de geles de siliconas realizados con diferentes composiciones de perfume

Parte A = 97% en peso					Parte B = 3% en peso	Tiempo de reticulación en minutos
% polímero (% en peso)	Referencia del Perfume	% Perfume (% en peso)	% Isopar L (% en peso)	% Ácido Mirístico (% en peso)		
60%	MINT PERFUME	30%	10%	0%	3%	159
60%	MINT PERFUME	30%	9,6%	0,4%	3%	41
60%	BLACK ENERGY PERFUME	30%	10%	0%	3%	226
60%	BLACK ENERGY PERFUME	30%	9,6%	0,4%	3%	57
60%	OCEANIC PERFUME	30%	10%	0%	3%	208
60%	OCEANIC PERFUME	30%	9,6%	0,4%	3%	117
60%	PEACH PERFUME	30%	10%	0%	3%	340

60%	PEACH PERFUME	30%	9,6%	0,4%	3%	102
60%	LAVENDER PERFUME	30%	10%	0%	3%	77
60%	LAVENDER PERFUME	30%	9,6%	0,4%	3%	37
60%	LAVENDER PERFUME	30%	9,2%	0,8%	3%	26
	GEL SANS PARFUM	0%	40%	0%	3%	277

[0079] Como se muestra en esta tabla, el agregado de ácido carboxílico permite reducir significativamente el tiempo de reticulación de los geles perfumados descritos en la Tabla 3.