



UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA

CAMPUS D'ALCOI



# Evaluación de la Adhesión y Permanencia de Microcápsulas sobre Tejidos de Algodón

Alumna: Lucía Capablanca Francés

Directora: M<sup>a</sup> Ángeles Bonet Aracil

Codirector: Pablo Monllor Pérez

*Departamento de Ingeniería Textil y Papelera*

Alcoy, Julio 2008

## *Agradecimientos*

Quería agradecer a los miembros de Departamento de Ingeniería Textil y Papelera del Campus de Alcoy de la Universidad Politécnica de Valencia: *M<sup>a</sup> Ángeles Bonet, Pablo Díaz, Pablo Monllor, Ignacio Montava y Jaime Pey*, la oportunidad que me han ofrecido al trabajar con ellos, así como el apoyo, ayuda y comprensión recibidos durante estos años.

También quería agradecer al Centro de Transferencia de Tecnología (CTT) y a la Subdirección de I+D del Campus de Alcoy de la Universidad Politécnica de Valencia, el apoyo y comprensión ofrecidos durante estos meses.

A la empresa Color Center por las muestras de productos entregadas para la realización del presente estudio.

Y a mi familia por su apoyo constante e incondicional en todos y cada uno de los momentos de vida.

• PRODUCCIÓN CIENTÍFICA	4
• 1.- INTRODUCCIÓN	6
1.1. Industria Textil e Innovación	7
1.2. Acabados Innovadores	7
1.3. Microencapsulación	8
1.3.1. Concepto de Microcápsula	9
1.3.2. Aplicación de Microencapsulados en la Industria	10
1.3.3. Microencapsulados aplicados a textiles	11
• 2.- OBJETIVOS	20
• 3.- EXPERIMENTAL	22
3.1. Materiales empleados	23
3.2. Composición de los baños	24
3.3. Procedimiento experimental	24
3.3.1. Aplicación de las microcápsulas	24
3.3.2. Ensayos de resistencia al lavado	25
3.4. Técnicas instrumentales empleadas	26
3.4.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	26
3.4.2. Contador de partículas	27
• 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN	31
4.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM) de los tejidos con microcápsulas	32
4.2. Resistencia de las microcápsulas a los lavados sucesivos (SEM)	33
4.3. Influencia del ligante en la permanencia de las microcápsulas (SEM)	37
4.4. Microcápsulas presentes en las aguas de lavado (Contador de partículas)	39
4.5. Influencia del ligante (Contador de partículas)	43

## ÍNDICE

---

• 5.- CONCLUSIONES	49
• 6.- TRABAJOS FUTUROS	53
• ANEXOS	55
- Anexo I	56
- Anexo II	62

# PRODUCCIÓN CIENTÍFICA

Los datos experimentales y las conclusiones extraídas de la realización del presente trabajo de investigación han servido como referentes para la elaboración de un *Abstract* que ha sido presentado (pendiente de confirmación) al 2º Congreso Internacional, *Competitividad e Innovación Tecnológica en el Sector Textil*, que se realizará en Aitex (Instituto Tecnológico Textil) el próximo 5 y 6 de Noviembre de 2008.

Así mismo, el pasado mes de Mayo, se participó en la modalidad de póster en, The International Scientific Symposium, *Innovate Solutions for Sustainable Development of Textiles Industries*, Oradea, Rumania (2008). (Ver Anexo II).

# 1.- INTRODUCCIÓN

### 1.1. INDUSTRIA TEXTIL E INNOVACIÓN

El sector textil es uno de los sectores industriales clásicos de mayor complejidad, debido a que se trata de un sector muy fragmentado y heterogéneo formado principalmente por pequeñas y medianas empresas. [1]

La industria textil abarca una extensa cadena industrial que incluye desde la obtención de materias primas textiles (fibras químicas), pasando por la producción de diversos productos intermedios (hilados, tejidos, no tejidos, etc.), y las operaciones finales de tintura, estampación, acabados, etc.

El sector textil, es un sector sometido a grandes variaciones de demanda del mercado. Estas características comportan que el sector esté acostumbrado a ser dinámico y a adaptarse a los cambios y a los nuevos requerimientos de calidad.

El textil es posiblemente uno de los sectores que han sufrido un mayor cambio económico en su entorno, como consecuencia de la creciente concentración del potencial productivo en los países en vías de desarrollo (PVD), lo que unido a la creciente liberalización de los intercambios internacionales, ha provocado un fuerte aumento de la competencia en un mercado ampliamente globalizado.

Ante esta situación, la *investigación, desarrollo e innovación* es considerada como la herramienta fundamental y necesaria que mediante el desarrollo de nuevos productos; avance en nuevos tipos de fibras; producción de nuevos materiales inteligentes y altamente especializados e inversiones en maquinaria y bienes de equipo de carácter tecnológico, permita la reconversión del tradicional sector textil.

### 1.2. ACABADOS INNOVADORES

Los aprestos y acabados, son los tratamientos químicos y mecánicos a los que se someten las materias textiles antes de su salida al mercado, para mejorar su forma de



## 1.- INTRODUCCIÓN

---

presentación y sus propiedades de uso y mantenimiento. Son operaciones finales, que pueden realizarse habitualmente después de la coloración de los textiles.

La competencia creciente en la industria textil ha creado numerosos retos para los tintoreros y acabadores europeos. El crecimiento rápido en tejidos técnicos y en sus usos finales ha generado numerosas oportunidades para la aplicación de acabados químicos innovadores.

Durante la última década, el crecimiento de textiles técnicos ha sido muy importante, ya que la investigación ha desarrollado más oportunidades y usos finales para fibras, hilos y tejidos [2]. En tejidos técnicos las características funcionales son un factor primordial, y fibras, hilos y tejidos pueden ser manipulados para poseer las propiedades necesarias para su uso final mediante la selección adecuada de los aprestos químicos, la aplicación de métodos y técnicas de laminación y recubrimiento.

La búsqueda y desarrollo de nuevas materias, procesos, tecnologías, acabados, etc., afecta por igual a todos los sectores de la industria textil, mediante el empleo de acabados innovadores es posible obtener artículos textiles con propiedades como: retardantes a la llama, protección antimicrobiana y antiácaros, repelentes de insectos, antiestrés, relajantes, etc. Para poder obtener estas propiedades es necesario el desarrollo de nuevos productos químicos así como de técnicas adecuadas que permitan la incorporación de estas propiedades a los sustratos textiles.

### 1.3. MICROENCAPSULACIÓN

La microencapsulación tiene sus orígenes en la industria papelera entre los años cuarenta y cincuenta cuando Barret K. Green de la Nacional Cash Register Corporation, tuvo la necesidad de generar múltiples fotocopias de papel sin utilizar el papel de carbón, inventando de esta manera el papel autocopiante. Desde la comercialización de este producto a finales de los años 60, se han utilizado sólo en los EE.UU., más de 110.000 toneladas, y todavía se usan en infinidad de formulaciones y páginas múltiples. A partir de los años 80 se desarrolló la comunicación olfativa y empezaron a aparecer en las revistas tarjetas perfumadas para dar a conocer nuevos perfumes, cremas y todo tipo de cosméticos. La mayor parte de estos anuncios estaban hechos a base de tintas

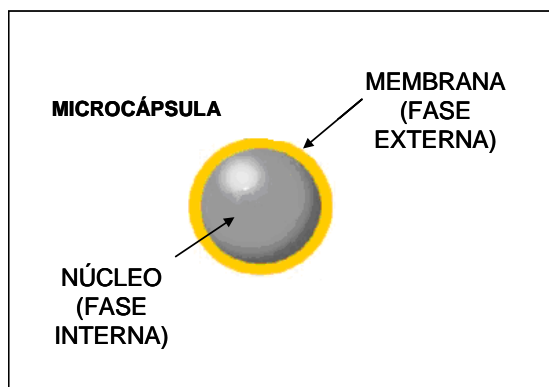
## 1.- INTRODUCCIÓN

---

que contenían microcápsulas que encerraban el perfume que se liberaba en el momento oportuno. [3]

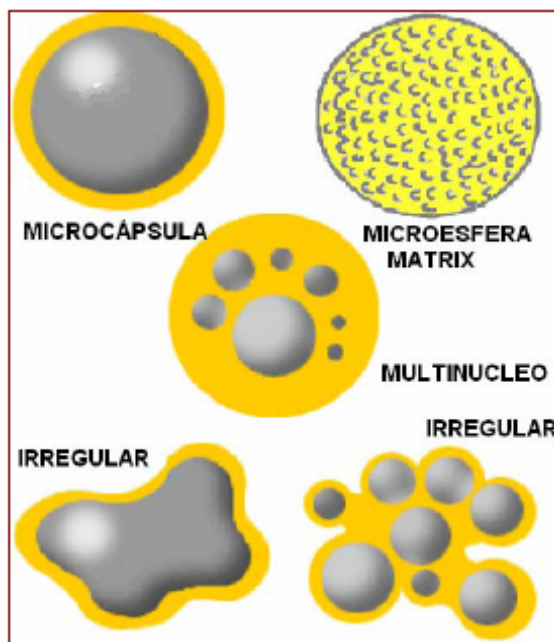
### 1.3.1. CONCEPTO DE MICROCÁPSULA

Las microcápsulas son pequeñísimas partículas o esferas, de tamaño entre 50nm a 2 $\mu$ m compuestas por dos fases: membrana o fase externa y núcleo o fase interna (*figura 1*). El tamaño de las membranas oscila entre 0,5-150 $\mu$ m de finura. La fase externa es de naturaleza polimérica, y envuelve y protege a la materia activa en su interior. La liberación de esta materia activa se realiza por rotura de las membranas, por reacción de éstas con el medio del entorno, o por permeabilidad de la capa externa. Las microcápsulas son un medio de transporte y protección de materias activas.



*Fig.1. Estructura microcápsula*

La forma de las microcápsulas es diversa, pero lo importante es el diseño para liberar su contenido y la forma en que lo liberen. Las formas dependen principalmente de las características físicas de la fase interna. Cuando es un sólido su forma es irregular pero si es un líquido, la cápsula adopta una forma esférica en cuyo interior queda una gota. Si se utiliza una emulsión puede resultar una cápsula que contiene gotitas formando un núcleo múltiple.



*Fig.2. Formas de las microcápsulas*

El contenido de las microcápsulas puede ser liberado de muchas formas, dependiendo de las características de las paredes de la cápsula. La materia activa se libera por estímulos físicos por ejemplo por presión, fricción, o por estímulos químicos, disolución de la pared, biodegradación, o por un estímulo térmico, aumento de temperatura por difusión a través de la pared.

### **1.3.2. APLICACIÓN DE MICROENCAPSULADOS EN LA INDUSTRIA**

La investigación farmacéutica lleva más de 30 años produciendo microesferas y microcápsulas [4] como forma de introducir los fármacos en el organismo.

Generalmente las microcápsulas, actúan por disolución del polímero externo en el medio y liberan el principio activo [4]. La mayor o menor resistencia del polímero de membrana hace que el fármaco contribuya con mayor o menor rapidez. En revistas científicas de farmacia, existen numerosos estudios sobre la utilización de polímeros biodegradables utilizados como membrana para materias activas de productos farmacéuticos e incluso también de células vivas. [4]

Otra industria, pionera en el empleo de las microcápsulas es la agroalimentaria, que ha encapsulado productos empleados como aditivos, ingredientes funcionales de los alimentos como agentes hinchantes levaduras [5], enzimas [6], almidones [7], conservantes tipo sales o ácidos tartáricos o cítrico, y vitaminas, aromas y especias [8, 9, 10]. La encapsulación de líquidos como el aceite de pescado (salmón, bacalao, etc.) [11] se ha generalizado dentro de las tendencias alimenticias de incorporar ácidos grasos insaturados como componente normal en algunos alimentos. Productos sólidos como los almidones de patata [12] se han encapsulado para mejorar su conservación. Y por último potenciadores del sabor y olor [13] en helados y gomas de mascar.

En la bibliografía, sobre la fabricación de microcápsulas en la industria farmacéutica se describen una gran variedad de productos utilizados como membranas, alginatos y derivados [14,15,16], chitosan-alginato [17], sulfato de celulosa, otros polisacáridos más o menos complejos (Agar-agar, derivados del almidón [18]), así como ácido poliláctico [19] y ácido glicólico [20,21], y otros polímeros como alcohol de polivinilo (PVA), o Polietilenglicol (PEG) [22,23], y otras combinaciones de éste con muchos otros compuestos.

Los cosméticos son productos que habitualmente están unidos a los fármacos y las investigaciones con ellos, pertenecen a la industria farmacéutica [24]. Existen un gran número de estudios sobre la encapsulación de productos como colágenos, sueros o liposomas [25,26].

### **1.3.3. MICROENCAPSULADOS APLICADOS A TEXTILES**

La aplicación de microencapsulados al textil no está tan extendida como en otros campos, como pueden ser las industrias farmacéuticas, agroalimentarias y cosméticas. Los microencapsulados son una nueva forma de obtener acabados textiles [27], que resultan de la aplicación sobre los tejidos de estos productos, lo que proporciona “acabados no convencionales”. Las microcápsulas son “nuevos materiales”, (pertenecen a los denominados materiales activos) formados por una membrana externa y un núcleo, su capa externa está compuesta por materiales poliméricos, y su núcleo interior contiene la materia activa. La función de la membrana es la de contener y proteger durante el

## 1.- INTRODUCCIÓN

---

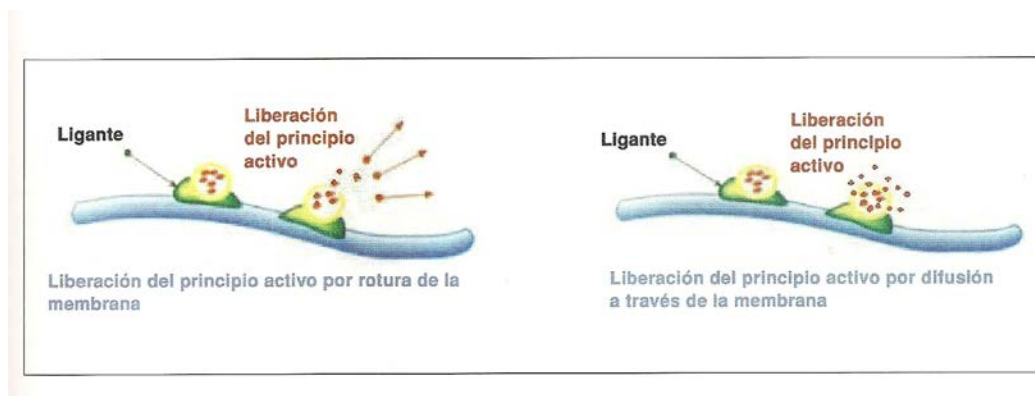
transporte, aplicación o frente a agentes externos, la materia activa que constituye el acabado.

La idea de incluir como materias activas acabados funcionales de los textiles a las microcápsulas [28,29,30,31], tiene como finalidad preservar estas materias activas del exterior, y que solo se permita una liberación controlada o gradual cuando interese.

Las primeras aplicaciones en la industria textil, fueron los colorantes dispersos microencapsulados, [27], como forma de presentación del colorante en polvo [27], aunque la aplicación que en este momento es la más popular o conocida es la de los Materiales de Cambio de Fase, (PCM). Estos materiales aprovechan el calor cedido o absorbido en su paso de sólidos a líquidos y viceversa. La *Triangle Research and Development Corporation*, fue la primera en desarrollar estos productos, y la NASA [27] la primera en aplicarlos a los trajes de astronautas para los paseos espaciales. Posteriormente ha sido la firma *Outlast Technologies*, la que ha comercializado el producto.

La microencapsulación ha permitido la obtención de fragancias [28,30] y perfumes resistentes a los lavados [27], aplicables a cualquier tipo de tejido para crear ambientes o para dar sensaciones de frescor en confección.

Los microencapsulados para aplicaciones textiles, no necesitan membranas solubles [32] salvo excepciones ya que los principios activos de los núcleos de las microcápsulas se liberan por rotura de la cápsula o bien por permeabilidad a través de las membranas. El hecho de que las membranas sean insolubles facilita la conservación de las microcápsulas durante los lavados, aspecto importante a tener en cuenta sobre todo en aquellos productos que debido a su uso final están sometidos a continuos lavados.



**Fig.3. Liberación del principio activo**

Esto supone una diferencia importante con el resto de fabricaciones de microcápsulas, como es el caso de las industrias farmacéutica y agroalimentaria en las que se prefieren membranas solubles o biodegradables en las que la liberación de la materia activa se realiza por interacción del polímero con el exterior.

En otras aplicaciones textiles no se desea ni la rotura ni la liberación de la materia activa, como por ejemplo en los materiales de cambio de fase (PCM), pigmentos termocrómicos o cristales líquidos donde la membrana actúa como simple envoltorio protector. Los PCM consisten en parafinas y n-Alcanos (Hidrocarburos saturados de 17-20 átomos de carbono) microencapsulados [27], que se sitúan en el interior de las prendas, y absorben el calor humano dando sensación de frescor, o por el contrario proporcionan calor cuando la temperatura corporal está por debajo de su punto de fusión, transfiriendo el calor almacenado.

Este tipo de material se emplea principalmente como aislante para ropa de protección, deportiva, calzado de montaña, etc., se consigue un efecto perfecto de termorregulación.

Junto con los aromas, se están encapsulando productos como repelentes de insectos [27,3] aplicables a cortinas, tapicerías, etc., antibacterias, antiácaros, [3] especial para cortinas, toldos, moquetas o alfombras, y otros curiosos como la patente para aplicar un retardante del vello sobre las medias de señora [27], microcápsulas con hidratantes y reafirmantes de piel aplicados [27,3], productos de origen cosmético y que cumplen su función cuando se incorporan a las prendas textiles.

## 1.- INTRODUCCIÓN

---

La posibilidad de obtener textiles que cambien de color con la humedad o con la temperatura corporal o por la acción de la luz, denominados sistemas policrómicos, termocrómicos o fotocrómicos [30,33,34], constituye un apartado más de los microencapsulados. Para obtener un sistema coloreado con capacidad de cambio se requiere un colorante que disponga de dos formas en equilibrio, que por la acción de la radiación ultravioleta, o por la acción del cambio de pH o por la adición de un electrón permita el cambio de la coloración. [30]

También se han mostrado muy útiles las microcápsulas con productos ignífugos, sobre todo en el caso de productos solubles en agua, que al estar microencapsulados están aislados del exterior, lo que permite el lavado del textil sin que se modifiquen sus propiedades.

La aplicación de las microcápsulas a los textiles, constituye un sistema de incorporación de acabados sobre los tejidos, y comienza a ser un proceso muy extendido. Se están comercializando prendas de vestir que llevan incorporados perfumes, cremas hidratantes, anticelulíticos, incluso repelentes de mosquitos, prendas con protección de rayos UV, etc. Se pueden producir artículos textiles con microcápsulas que contiene indicadores de cambio de temperatura mediante el cambio de color, como ya se ha comentado anteriormente.

La fijación de las microcápsulas en los sustratos textiles se produce mediante un ligante que puede ser de varias composiciones químicas, los de mayor uso son las melaminas, resinas acrílicas, poliuretanos, siliconas, etc [3]. La dosis debe de ser la adecuada ya que en caso contrario, un exceso de resina puede producir un efecto envolvente sobre la microcápsula impidiendo que ésta pueda desprender el principio activo. A su vez una dosificación escasa repercutiría en la solidez al lavado y por tanto en la durabilidad de las mismas.

El presente trabajo se centra en el estudio de la influencia de la presencia de ligante en la aplicación de microencapsulados sobre tejidos de algodón 100%. Para ello se han preparado tejidos con la misma cantidad de microcápsulas y con diferentes concentraciones del mismo ligante, éstos han sido sometidos a diferentes ensayos que

## 1.- INTRODUCCIÓN

---

permiten determinar la influencia del ligante en la durabilidad del producto sobre el sustrato textil.



### BIBLIOGRAFÍA

1. Ministerio de medio ambiente, *Documento de síntesis de Mejores Técnicas Disponibles en España del Sector Textil* (Madrid, 2004).
2. Hole I., *Acabados innovadores para el futuro*, Revista de Química Textil 180 (2006): 47-54.
3. Ponsa L., Salva J., *Microencapsulados en textil hogar y confección*, Revista de Química Textil 185 (2007) 18-21.
4. Monllor P., Tesis Doctoral, *Caracterización de Microencapsulados Aplicados Sobre Materias Textiles*, Editorial UPV, Alcoy (Marzo 2007).
5. Jeon Y., Vasnthan T., Temelli F., Song B., *The suitability of barley and corn starches in their native and chemically modified forms for volatile meat Flavour encapsulation*, Food research International 36 (2003) 349-355.
6. DewettincK K., Huyghebaert A., *Fluidized bed coating in food technology*, Trends in Food Science & Technology 10 (1999) 163-168.
7. Krishnam S., Bhosale R., Singhal R. S., *Microencapsulation of cardamom oleoresin: Evaluation of blends of gum Arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials*, Carbohydrate Polymers 61 (2005) 95-102.
8. McMaster L.D., Kokott S.A., Reid S.J., Abratt V. R., *Use of traditional African fermented beverages as delivery vehicles for Bifidobacterium lactis DSM 10140*, International Journal of Food Microbiology 102 (2005) 231-237.
9. Shaikh J., Bhosale R., Singhal R., *Microencapsulation of black pepper oleoresin*, Food Chemistry 94 (2005) 105-110.

10. Bhandari B., D'Arcy B., Young G., *Flavour retention Turing high temperature short time extrusion cooking process: a review*, International Journal of Food Science and Technology 36 (2001) 453-461.
11. Heinzelmann K., Franke K., *Using freezing and drying techniques of emulsions for the Microencapsulation of fish oil to improve oxidation stability*, Colloids and Surfaces B: Biointerfaces 12 (1999) 223-229.
12. Rupp J., *Tejidos activos que regulan la temperatura corporal*, International textile Bulletin 1/99, (1999) 58-59.
13. Kris B. de Roos, *Effect of texture and microstructure on Flavour retention and release*, International Dairy Journal 13 (2003) 593-605.
14. Huguet M.L., Dellacherie E., *Calcium Alginate beads Coated with Chitosan: Effect of the Structure of Encapsulated Material son Their Release*, Process Biochemist, 31(8) (1996) 745-751.
15. Doublier J.L., Garnier C., Renard D., Sanchez C., *Protein Polysaccharide interactions*, Current Opinion in Colloid & Interface Science 5 (2000) 61-70.
16. Manosroi A., Podjanasoonthon K., Manosroi J., *Development of novel topical tranexamic acid liposome formulations*, International Journal of Pharmaceutics 235 (2002) 61-70.
17. Liu X., Xue W., Liu Q., Yu, W., Fu Y., Xiong X., Ma X., Yuan Q., *Swelling behaviour of alginate-chitosan microcapsules prepared by external gelation or internal gelation technology*, Carbohydrate Polymers 56 (2004) 459-464.
18. Sziinyi S., Watzke H.J., Cambon A., *Highly fluorinated surfactants in liposome technology*, Thin Solid Films 284-285 (1996) 769-771.
19. Tsung M.J., Burgess, D.J., *Preparation and characterization of gelatine surface modified PLGA Microspheres*, AAPS Pharm. Sci. (May 2001).

20. Park T.G., *Degradation of poly (lactic-co-glycolic acid) microspheres: effect of copolymer composition*, *Biomaterials* 16 (1995) 1123-1130.
21. Müller M., Vörös J., Csuscs G., Walter E., Danuser G., Textor M., Spencer N.D., *Surface modification of PLGA Microspheres*, *Journal Biomed. Mater. Res.A1* (2003) 55-61.
22. Laurienzo, P., Malinconico M., Motta A., Vicinanza, A., *Synthesis and characterization of a novel alginate-poly (ethylene glycol) graft copolymer*, *Carbohydrate Polymers* 62 (2005) 274-282.
23. Hans M., Shimoni K. Danino D., Siegel S.J., Lowman A., *Synthesis and Characterization of mPEG\_PLA Prod rug Micelles*, *Bio macromolecules* 6 (2005) 2708-2717.
24. Eccleston G.M., *Function of mixed emulsifiers and emulsifying waxes in dermatological lotions and creams*, *Colloids and Surfaces, Physicochemical and Engineering Aspects* 123 124 (1997) 169-212.
25. Lee J.E., Kim K.E., Kwon I.C., Ahn H. J., Lee S., Cho H., Kim H.J., Seong S.C., Lee M.C., *Effects of the controlled-released TGF- $\beta$ 1 from chitosan microspheres on chondrocytes cultured in a collagen/chitosan/glycosaminoglycan scaffold*, *Biomaterials* 25 (2004) 4163-4173.
26. Hong Y., Gao C., Xie Y., Gong Y., Shen J., *Collagen-coated polylactide microspheres as chondrocyte microcarriers*, *Biomaterials* 26 (2005) 6305-6313.
27. Monllor P., Bonet M.A., Pey J., Cases F., *Degradación de microencapsulados aplicados a textiles*, *Revista de Química Textil* 183 (2007) 42-57.
28. Nelson G., *Microencapsulates in textile coloration and finishing*, *Rev. Prog Coloration* 21 (1991).

29. Nelson G., *Microencapsulates in textile finishing*, Rev. Prog Coloration 31 (2001) 57-64.
30. Nelson G., *Application of Microencapsulation in textiles*, International Journal of Pharmaceutics 242 (2002) 55-62.
31. Castellarnau J., Briera J., *La nanotecnología. Nueva fuente de innovación en el textil*, Rev. Industria Textil 402 (2002) 30-38.
32. Hong K., Park S., *Melamine resin microcapsules containing fragrant oil: synthesis and characterization*, Materials Chemistry and Physics 58 (1999) 128-131.
33. Aitken D., Burkinshaw S.M., Griffiths J., Towns A.D., *Textile applications of thermochromic systems*, Rev, Prog, Coloration 26 (1996).
34. Sawada K., Urakawa H., *Preparation of photosensitive color-producing microcapsules utilizing in situ polymerization method*, Dyes and pigments 65 (2005) 45-49.

## 2.- OBJETIVOS

## 2.- OBJETIVOS

---

El presente trabajo de investigación tiene como objetivo principal optimizar la permanencia de las microcápsulas sobre textiles, con el fin de conseguir una mayor duración de las propiedades que aportan a los mismos.

Para poder alcanzar este objetivo será necesario desarrollar y establecer las formulaciones apropiadas de los baños de productos. Se cuantificarán las cantidades óptimas de productos a fin de conseguir la mayor durabilidad de las microcápsulas sobre los sustratos textiles. Uno de los parámetros de mayor importancia en las formulaciones de los baños será la cantidad de ligante empleado, en este caso resina acrílica, el estudio de la influencia de la resina en la permanencia de las microcápsulas sobre el tejido, será también objeto de estudio en la presente investigación.

La cantidad de producto final sobre el textil se determinará mediante el empleo de dos técnicas experimentales, microscopía electrónica de barrido (SEM) y el contador de partículas, para ello, las muestras serán sometidas a ensayos de resistencia al lavado siguiendo la norma UNE-EN ISO 105-C10 (2008).

## 3.- EXPERIMENTAL

La presente investigación incluye el procedimiento experimental llevado a cabo en los laboratorios de Química Textil e Instrumental del Departamento de Ingeniería Textil y Papelera, situado en el Campus de Alcoy de la Universidad Politécnica de Valencia.

El procedimiento experimental llevado a cabo ha sido desarrollado con el fin de optimizar la permanencia de las microcápsulas sobre tejidos de algodón 100%. Se basa en la aplicación por impregnación de baños que contiene microcápsulas y resina acrílica como ligante. Los ensayos de resistencia de las microcápsulas frente al lavado siguiendo la norma UNE-EN ISO 105-C10 (2008), permitirán determinar mediante la instrumentación adecuada la durabilidad del producto en el sustrato textil.

#### **3.1. MATERIALES EMPLEADOS**

Se han empleado como sustratos textiles tejidos de Algodón Jacquard 100% con un peso de  $210\text{g/m}^2$ , el ligado es un raso. Los tejidos han sido previamente blanqueados en fábrica.

Las microcápsulas empleadas son de aroma menta, referenciadas como Centerfinish 164/02, conjuntamente con las microcápsulas, se ha utilizado una resina de dispersión de base acrílica como ligante, con el nombre comercial Resina Center BC. Ambos productos han sido suministrados por Color-Center (España).

Para los ensayos de la resistencia de las microcápsulas frente al lavado según la norma indicada, se ha empleado detergente que cumple los requisitos exigidos por dicha norma.



#### 3.2. COMPOSICIÓN DE LOS BAÑOS

Se han empleado tres formulaciones distintas de baños manteniendo constante la concentración de microcápsulas y variando la concentración de resina, en la siguiente tabla se muestran la composición de cada uno de los baños:

Baños	Composición (g/L)	
	Microcápsulas	Resina acrílica
I	60	0
II	60	5
III	60	10

*Tabla 1. Composición de los baños de productos*

#### 3.3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

##### 3.3.1. APLICACIÓN DE LAS MICROCÁPSULAS

La aplicación de las microcápsulas sobre los sustratos textiles se ha realizado mediante impregnación empleando un fulard horizontal de 40cm (2608 TEPA) a la presión de 1,5Kg/cm y a una velocidad de 2m/min. Para conseguir una mayor deposición de baño sobre el tejido, se han realizado dos pasos por el foulard.

Los baños de fulardado contenían la misma concentración de producto microencapsulado (60 g/L) y diferentes concentraciones de ligante (0, 5 y 10 g/L).

Durante el proceso se ha controlado el % de impregnación (% pick-up) por diferencia de peso, obteniéndose valores entre 93 y 95%, valor adecuado teniendo en cuenta la naturaleza hidrófila del algodón.

#### 3.3.2. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL LAVADO

Los ensayos se han realizado siguiendo la norma UNE EN ISO 105- C10, (2008).

Las muestras de algodón con microcápsulas se han cosido por sus dos lados cortos a dos tejidos testigos estándar de algodón y lana, formando una probeta compuesta con estructura similar a la de un “sándwich”.

Los lavados se han realizado en el Linistest (de Hannau) a una temperatura de 40°C, empleando la correspondiente disolución de detergente, con una relación de baño, Rb 1/50.

Las muestras han sido sometidas hasta 20 ciclos de lavado, con el fin estudiar la resistencia a la degradación de las microcápsulas. La duración de cada lavado ha sido de 30 minutos.

Los ciclos de lavado se han realizado de forma continuada, se han conservado las aguas de cada lavado, así como muestras de tejido, para su posterior análisis.

Después de cada lavado se han descosido por uno de los dos lados las muestras de algodón de los tejidos testigo, de modo que las partes de la probeta estuvieran en contacto solamente por la costura, y se han secado en una estufa de aire forzado (WTC Binder 030) a una temperatura de 60°C.

Las fotografías de la diversa instrumentación empleada se encuentran en el Anexo I.

#### 3.4. TÉCNICAS INSTRUMENTALES EMPLEADAS

##### 3.4.1. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

###### *Fundamento*

El Microscopio electrónico de barrido (o SEM, de *Scanning Electron Microscopy*), es aquel que usa electrones en lugar de luz para formar una imagen. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra. También produce imágenes de alta resolución, que significa que características espacialmente cercanas en la muestra pueden ser examinadas a una alta magnificación. La preparación de las muestras es relativamente fácil pues la mayoría de SEMs sólo requieren que estas sean conductoras.

La muestra es recubierta con una capa de metal delgado, y es barrida con electrones enviados desde un cañón. Un detector mide la cantidad de electrones enviados que arroja la intensidad de la zona de muestra, siendo capaz de mostrar figuras en tres dimensiones, proyectadas en una imagen de TV.

En el microscopio electrónico de barrido es necesario acelerar los electrones en un campo eléctrico, para aprovechar de esta manera su comportamiento ondulatorio, lo cual se lleva a cabo en el cañón del microscopio, donde se aceleran por una diferencia de potencial de 1.000 a 30.000 voltios. Los electrones acelerados por un voltaje pequeño son utilizados para muestras muy sensibles, como podrían ser las muestras biológicas sin preparación adicional, o muestras muy aislantes. Los altos voltajes se utilizan para muestras metálicas, ya que éstas en general no sufren daños como las biológicas, y de esta manera se aprovecha la menor longitud de onda para tener una mejor resolución. Los electrones acelerados salen del cañón, y son enfocados por las lentes condensadora y objetiva, cuya función es reducir la imagen del filamento, de manera que incida en la muestra un haz de electrones lo más pequeño posible (para así tener una mejor resolución). Con las bobinas deflectoras se barre este fino haz electrones sobre la muestra, punto por punto y línea por línea.

Cuando el haz incide sobre la muestra, se producen muchas interacciones entre los electrones del mismo haz y los átomos de la muestra. Por otra parte, la energía que pierden los electrones al "Chocar" contra la muestra puede hacer que otros electrones salgan despedidos (electrones secundarios), y producir rayos X, electrones Auger, etc. El más común de éstos es el que detecta electrones secundarios, y es con el que se hacen la mayoría de las imágenes de microscopios de barrido.

#### ***Metodología***

Los ensayos de Microscopía electrónica se han realizado empleando un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6300 (Jeol USA Inc., Peabody; USA) en los servicio de Microscopía electrónica del Campus de Vera de la Universidad Politécnica de Valencia.

Previamente las muestras recibieron un tratamiento de recubrimiento de oro con la finalidad de transformarlas en conductoras. La capa de oro depositada en condiciones de vacío es de 5-7nm. Las muestras analizadas eran de dimensiones 4x4mm aproximadamente, y el análisis siempre se ha realizado por el haz del tejido.

La fotografía del microscopio electrónico empleado se encuentra en el Anexo I.

#### **3.4.2. CONTADOR DE PARTÍCULAS**

##### ***Fundamento***

Un contador electrónico de células es un instrumento capaz de contar y medir partículas en suspensión.

El sistema está formado por los siguientes elementos:

1. Dos electrodos, uno en el interior de un tubo con un pequeño orificio que se introduce en la suspensión de partículas a contar, y un segundo electrodo que se introduce directamente en dicha suspensión. El tubo con el orificio está conectado a un manómetro de mercurio y a una bomba. El manómetro controla

### 3.- EXPERIMENTAL

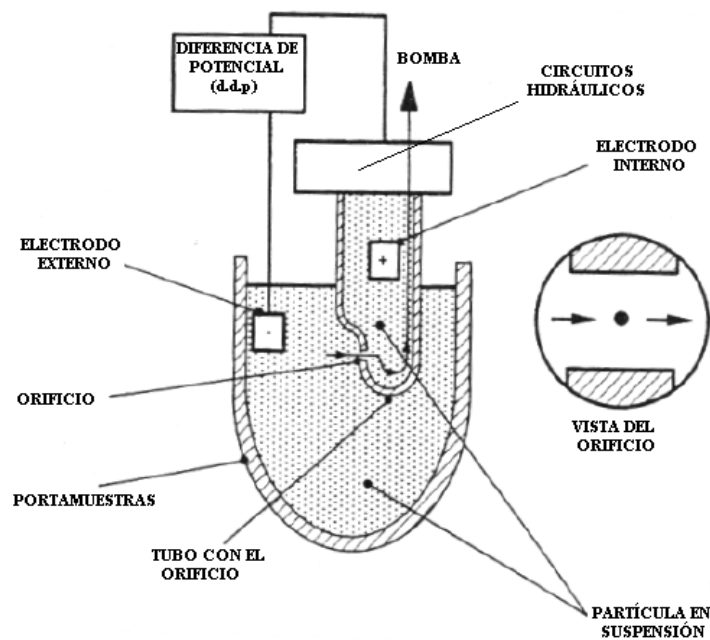
---

mediante el desplazamiento de mercurio la conexión y desconexión de los electrodos.

2. Un amplificador electrónico de señal, un analizador de altura de pulsos, y una escala, conectados a los electrodos.

Cuando la válvula que controla el manómetro se abre 0.1ml de suspensión entran en el interior del tubo por el pequeño orificio. Durante ese tiempo los electrodos están conectados y registran y transmiten al equipo de amplificación y análisis de la señal las oscilaciones de resistencia que detectan. Cada vez que una célula atraviesa el orificio se produce una variación de resistencia proporcional al tamaño. Estos datos se registran y analizan con la ayuda de un software.

En la siguiente figura se muestra el esquema del contador de partículas empleado, donde se indican las diferentes partes del mismo.



*Fig.4. Esquema contador de partículas*

#### ***Metodología***

Las aguas de lavado recogidas de los diversos lavados sucesivos a los que han sido sometidas las muestras de algodón, han permitido mediante el contador de partículas (contador de células, Coulter Counter serie Z2) determinar de forma estadística el tamaño medio y la distribución de tamaños de las microcápsulas.

Mediante el empleo de un software integrado al equipo, Z2 ACCUCOMPR de Beckman Coulter, los datos fueron recogidos y almacenados para su posterior tratamiento.

Las fotografías del contador de partículas empleado se encuentran en el Anexo I.

## **BIBLIOGRAFÍA**

<http://www.ub.es/biocel/wbc/tecnicas>. Fecha: 4 de Julio de 2008.

## 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN



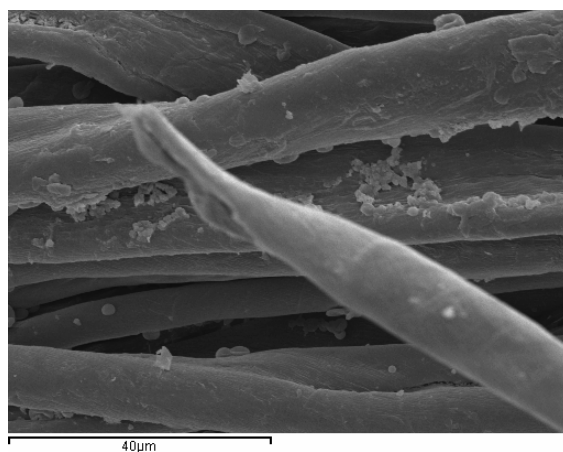
#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

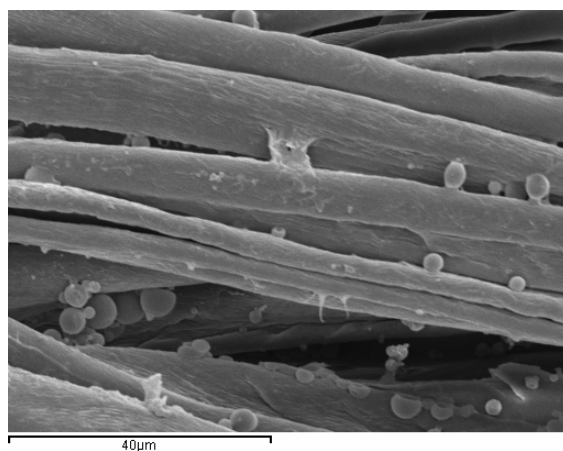
Los resultados que se presentan en la investigación corresponden al estudio de las imágenes proporcionadas por microscopía electrónica (SEM) y al análisis y posterior tratamiento de los datos obtenidos con el contador de partículas mediante el software Z2 ACCUCOMPR de Beckman Coulter.

##### 4.1. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) DE LOS TEJIDOS CON MICROCÁPSULAS

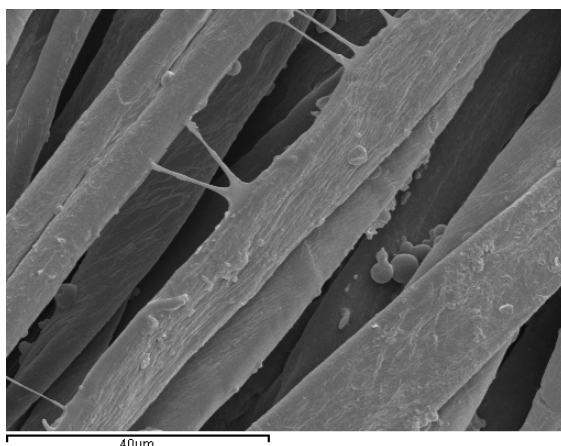
Se muestran las imágenes de microscopía electrónica (SEM) de cada una de las formulaciones empleadas.



*Fig.5. Microfotografía del tejido fulardado con un baño de 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3)*



*Fig.6. Microfotografía del tejido fulardado con un baño de 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) y 5g/L de Resina Center BC*



***Fig.7. Microfotografía del tejido fulardado con un baño de 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) y 10g/L de Resina Center BC***

Las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica proporcionan información sobre la situación y estado de las microcápsulas sobre las fibras de algodón.

En las imágenes se aprecia perfectamente la forma esférica de las microcápsulas, así como la presencia de ligante (*figura 6 y 7*), resina acrílica, que permite la unión de las microcápsulas a las fibras del tejido.

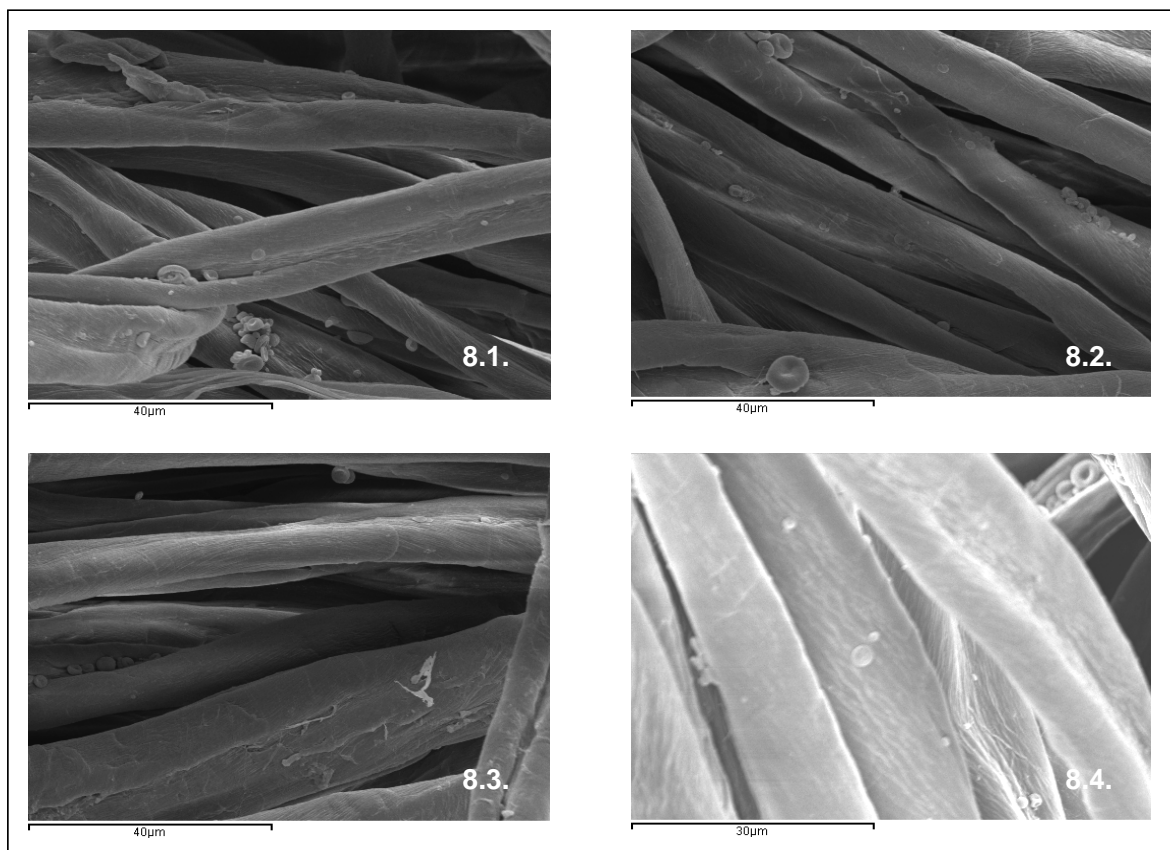
Se observa que la distribución de las microcápsulas sobre el tejido no se produce de forma homogénea.

#### **4.2. RESISTENCIA DE LAS MICROCÁPSULAS A LOS LAVADOS SUCESIVOS (SEM)**

El estudio de las imágenes obtenidas por microscopía electrónica (SEM) permite observar la influencia del número de lavados en la permanencia del producto sobre el sustrato textil.

#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se muestran las figuras correspondientes a las microfotografías de los sustratos textiles para cada una de las formulaciones empleadas, después de someterlas a sucesivos procesos de lavado.



**Fig.8. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejido fulardado con un baño de 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3).**

**Microfotografía 8.1. Tejido de algodón sometido a 5 Lavados**

**Microfotografía 8.2. Tejido de algodón sometido a 10 Lavados**

**Microfotografía 8.3. Tejido de algodón sometido a 15 Lavados**

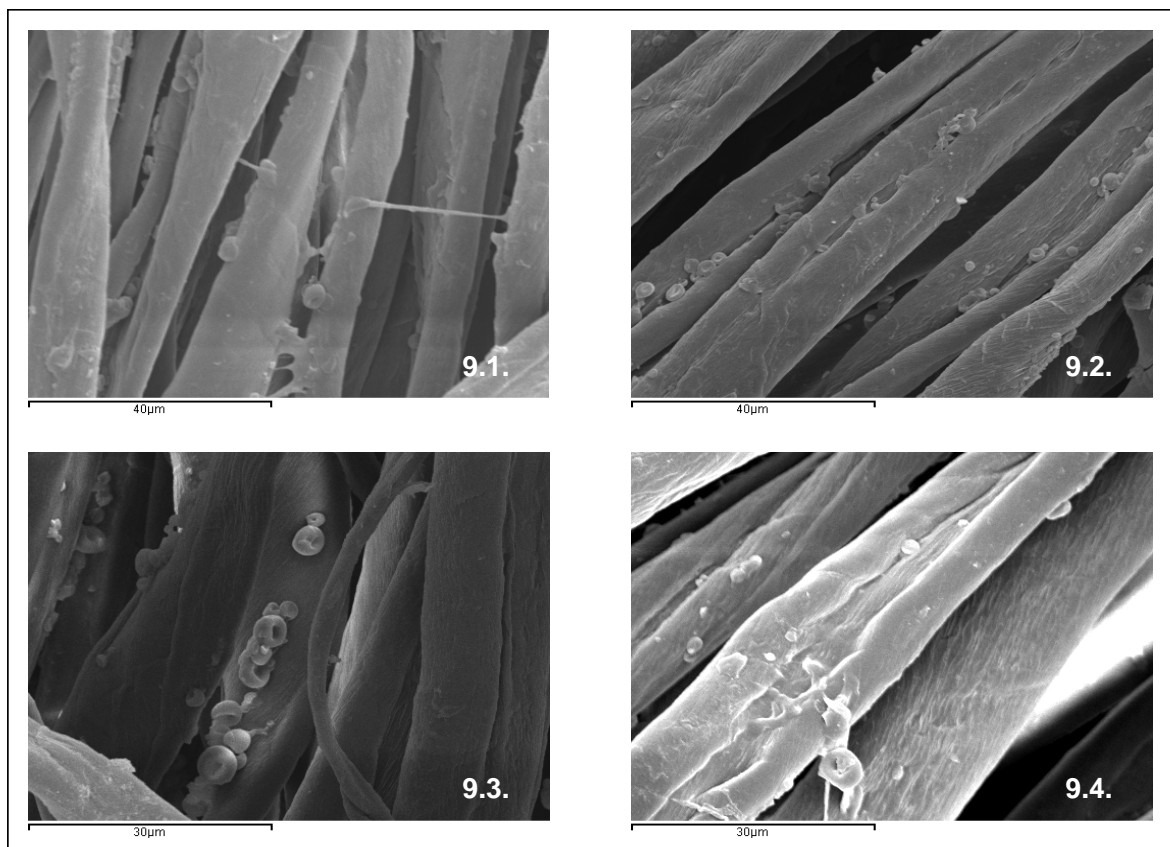
**Microfotografía 8.4. Tejido de algodón sometido a 20 Lavados**

Las imágenes obtenidas permiten conocer la situación, estado y tamaño de las microcápsulas a medida que aumenta el número de lavados.

Se observa a través de los sucesivos lavados que la forma de las microcápsulas ya no es esférica, esto es debido a que han liberado el principio activo de la fase interna, son microcápsulas vacías, que no aportan al sustrato ninguna propiedad.

#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A medida que aumenta el número de lavados la cantidad de microcápsulas sobre el sustrato es menor. Las imágenes obtenidas no permiten cuantificar la cantidad de microcápsulas sobre el sustrato, este ensayo se realizará mediante el análisis de las aguas recogidas después de los lavados.



**Fig.9. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejido fulardado con un baño de 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) y 5g/L de Resina Center BC.**

**Microfotografía 9.1. Tejido de algodón sometido a 5 Lavados**

**Microfotografía 9.2. Tejido de algodón sometido a 10 Lavados**

**Microfotografía 9.3. Tejido de algodón sometido a 15 Lavados**

**Microfotografía 9.4. Tejido de algodón sometido a 20 Lavados**

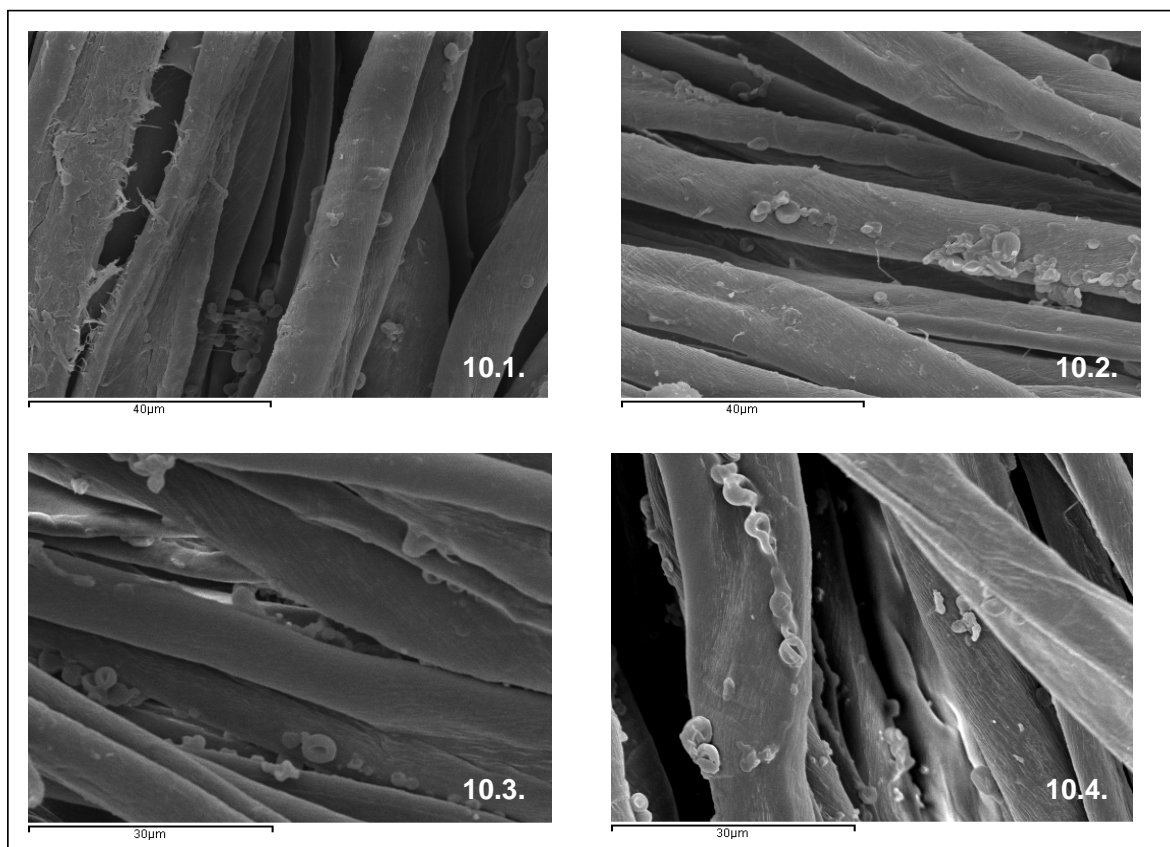
Al igual que en la *figura 8*, las imágenes obtenidas proporcionan información del estado, situación y tamaño de las microcápsulas.

En la *microfotografía 9.1*. se aprecia la presencia de resina acrílica sobre las fibras, esta resina actúa de ligante y permite la fijación de las microcápsulas a las fibras

#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

del tejido, incluso tras el primer lavado. Después de 15 lavados la cantidad de microcápsulas apreciada es mayor que cuando no existe resina.

Durante el transcurso de los lavados se observa que gran parte de las microcápsulas que permanecen sobre el tejido están vacías. Puede apreciarse que las microcápsulas de mayor tamaño son las que se deshinchán más rápidamente.



**Fig.10. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejido fulardado con un baño de 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) y 10g/L de Resina Center.**

**BC.**

**Microfotografía 10.1. Tejido de algodón sometido a 5 Lavados**

**Microfotografía 10.2. Tejido de algodón sometido a 10 Lavados**

**Microfotografía 10.3. Tejido de algodón sometido a 15 Lavados**

**Microfotografía 10.4. Tejido de algodón sometido a 20 Lavados**

Las imágenes obtenidas al igual que en las anteriores figuras proporcionan información del estado, situación y tamaño de las microcápsulas.

#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

En la *figura 10* se aprecia con mayor claridad que las microcápsulas de menor tamaño permanecen sobre las fibras a medida que transcurren los lavados, ello indica que las microcápsulas de mayor tamaño presentan menor resistencia a los procesos de lavado, por ello, se desprenden con mayor facilidad del sustrato. Esta apreciación podrá ser corroborada mediante el análisis de las aguas de lavado.

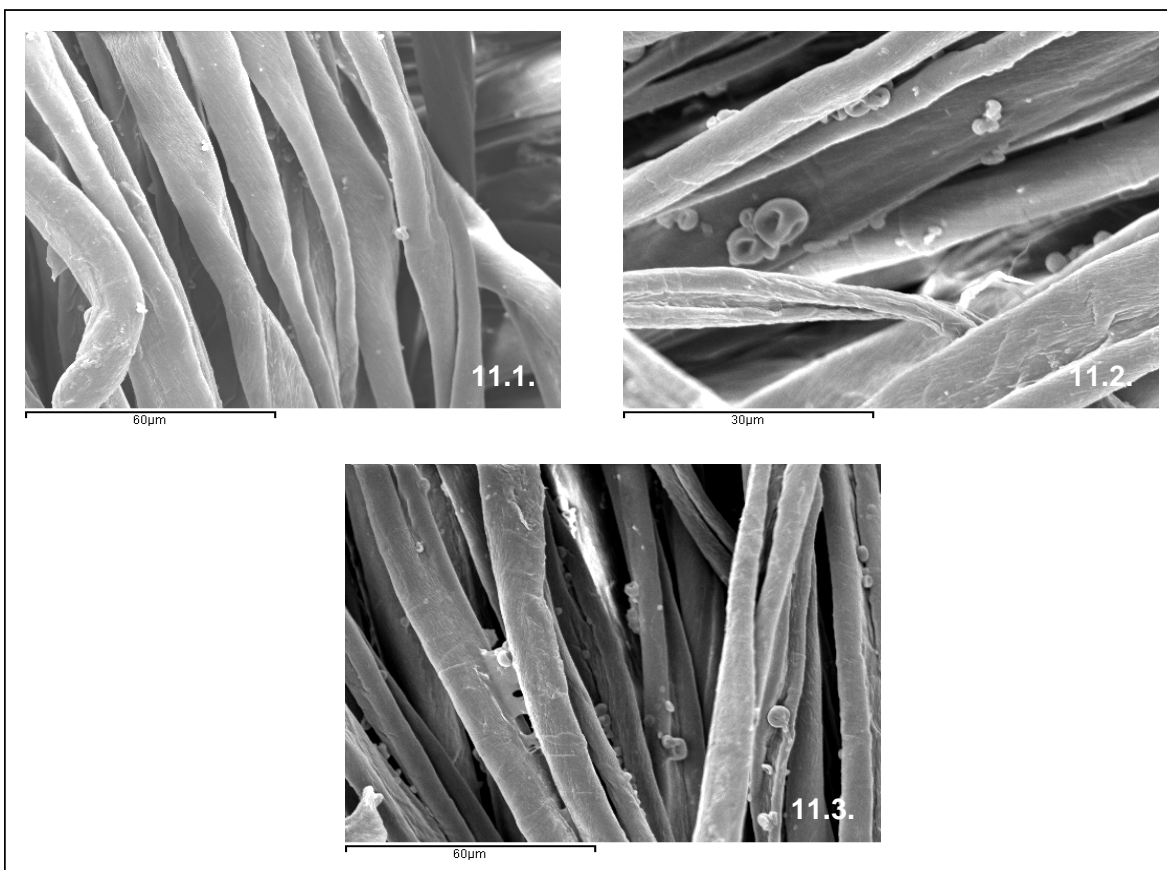
En las microfotografías de la *figura 10*, puede observarse el aspecto que presentan las microcápsulas después de los lavados, a medida que aumenta el número de lavados las microcápsulas de mayor tamaño no presentan forma esférica, están degradadas, por el contrario se observa que las microcápsulas de menor tamaño mantienen su forma.

#### **4.3. INFLUENCIA DEL LIGANTE EN LA PERMANENCIA DE LAS MICROCÁPSULAS (SEM)**

Las imágenes que se muestran a continuación muestran la influencia del ligante en la permanencia de las microcápsulas sobre las fibras de algodón.

Se comparan microfotografías de los tejidos de algodón para cada una de las formulaciones, después de someterlos a 20 lavados sucesivos.

Las imágenes muestran que empleando mayor cantidad de ligante, en este caso resina acrílica, se consigue una mayor permanencia del producto sobre el sustrato. En la *microfotografía 11.3* se puede observar la presencia de resina entre las fibras de algodón.



**Fig.11. Influencia del ligante en la permanencia de las microcápsulas, tejidos de algodón sometidos a 20 lavados.**

**Microfotografía 11.1. Fórmula 1: 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3)**

**Microfotografía 11.2. Fórmula 2: 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) y 5g/L de Resina Center BC.**

**Microfotografía 11.3. Fórmula 3: 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) y 10g/L de Resina Center BC.**

Los lavados afectan a la permanencia de las microcápsulas sobre los sustratos textiles, por ello, es necesario optimizar la cantidad de ligante con el fin de conseguir la mayor durabilidad del producto sobre el tejido.

Se observa que a medida que aumenta el número de lavados, las microcápsulas o bien desaparecen de la superficie de la fibra, o bien como consecuencia de haber incorporado resina en las formulaciones, paulatinamente pierden la materia activa que contienen en su interior, quedándose vacías (*microfotografía 11.2*). Si embargo, cuando la cantidad de resina es considerable (10g/L), tras 20 ciclos de lavado, se aprecian

#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

todavía microcápsulas sobre el tejido que no han perdido la totalidad del principio activo.

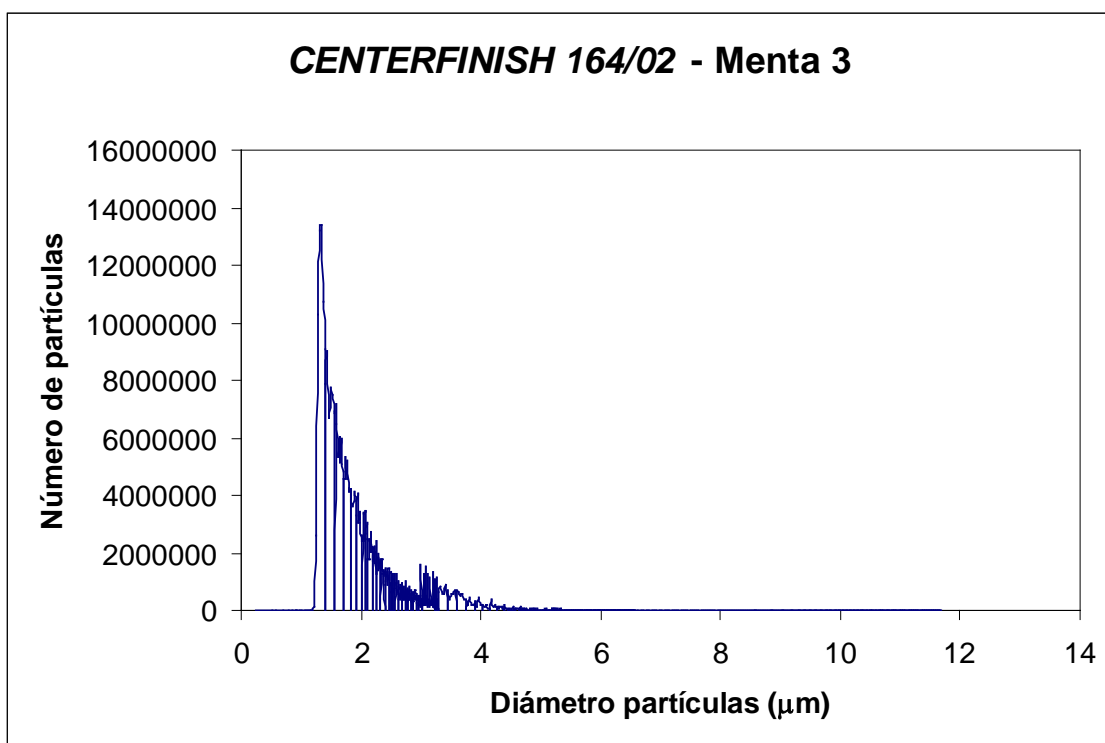
#### **4.4. MICROCÁPSULAS PRESENTES EN LAS AGUAS DE LAVADO (CONTADOR DE PARTÍCULAS)**

El análisis de las aguas de lavado recogidas después de los sucesivos lavados a los que se han sometido los tejidos de algodón, permiten conocer el número de microcápsulas presentes en los baños, así como el tamaño (diámetro) de las mismas.

La recogida de datos del contador de partículas se ha realizado con el software Z2 ACCUCOMPR de Beckman Coulter, conectado al equipo. Posteriormente los datos han sido importados a Microsoft Office Excel para su tratamiento.

En primer lugar es necesario realizar un recuento de partículas del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) a una concentración de 60g/L, de esta forma se conoce el número de microcápsulas que contiene el baño que se utilizará para tratar al tejido por impregnación. La concentración del producto en el baño original de impregnación es excesiva para el contador de partículas, ya que la señal se satura y no puede contarlas bien, por ello, se han realizado las respectivas diluciones para poder realizar el análisis, posteriormente teniendo en cuenta el factor de dilución es posible conocer el número de microcápsulas que contiene el producto.



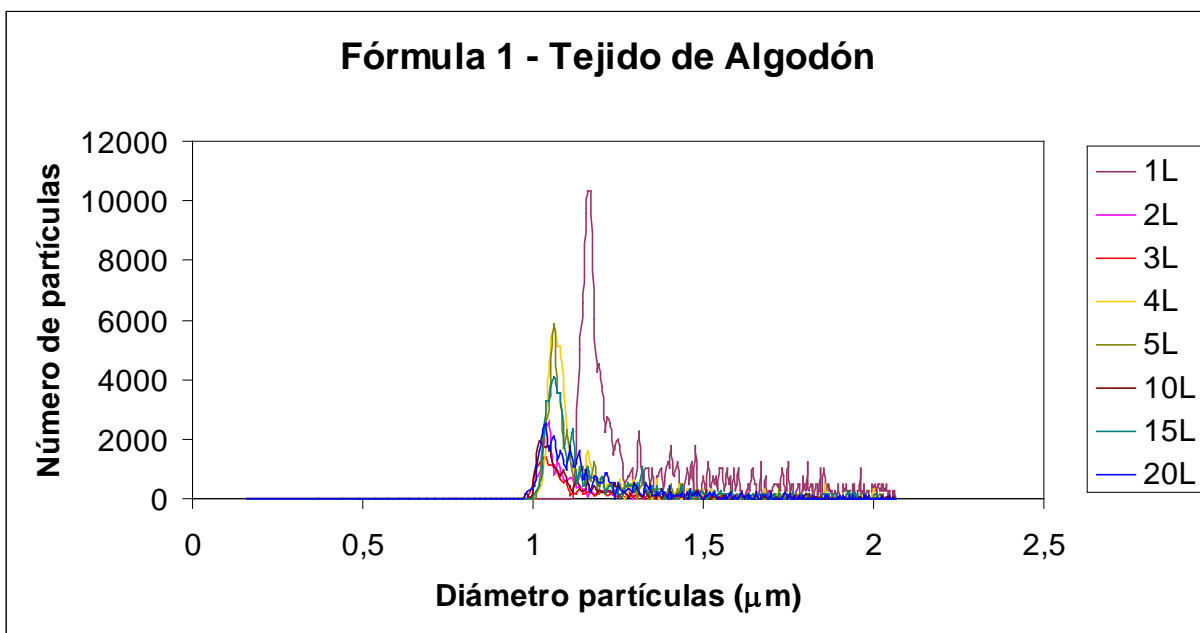


*Fig.12. Representación gráfica del número de partículas producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3).*

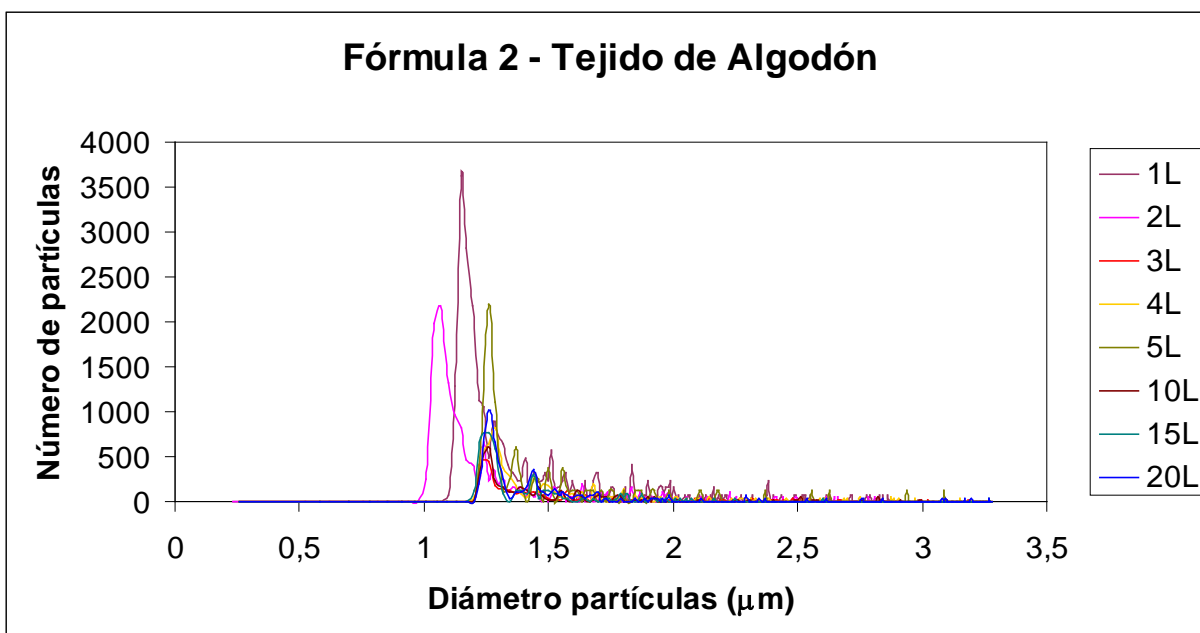
La representación gráfica permite conocer la relación existente entre el número de partículas y su diámetro, se observa que el diámetro de las microcápsulas presentes en el producto oscila entre 1,23 y 4,527 $\mu\text{m}$ .

El tratamiento de los datos obtenidos permite conocer el número total de microcápsulas presentes en la disolución inicial de producto, en este caso es de 444.110.000. Dato importante a tener en cuenta para el análisis posterior de las aguas de lavado.

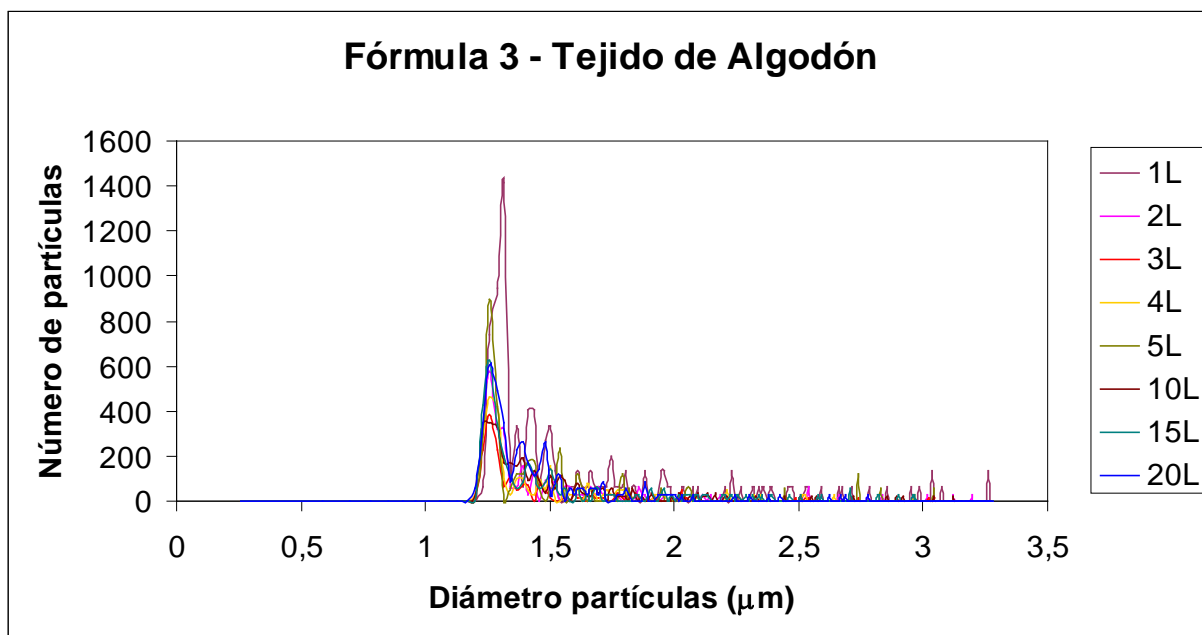
Los tejidos de algodón han sido sometidos a diversos lavados siguiendo la correspondiente normativa, después de cada lavado las aguas han sido recogidas con el fin de determinar la cantidad de producto presente en las mismas. A continuación para cada una de las formulaciones estudiadas se realiza la representación gráfica del número de partículas en función del diámetro de las mismas.



*Fig.13. Representación gráfica del número de partículas producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) 60g/L, muestras sometidas a diversos lavados.*



*Fig.14. Representación gráfica del número de partículas producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) 60g/L y 5g/L de Resina Center BC, muestras sometidas a diversos lavado.*



*Fig.15. Representación gráfica del número de partículas producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) 60g/L y 10g/L de Resina Center BC, muestras sometidas a diversos lavado.*

En las tres representaciones gráficas se observa que en el primer lavado el número de microcápsulas presentes en las aguas es superior al resto de lavados, ello indica que es durante los primeros lavados cuando se produce una mayor pérdida de producto.

La tendencia de los datos obtenidos indica que a medida que aumenta el número de lavados la cantidad de microcápsulas presentes en las aguas es menor.

En cuanto al tamaño de las partículas se observa que en los primeros lavados las microcápsulas de mayor diámetro son las que se desprenden con mayor facilidad de las fibras, este hecho se corrobora con las fotografías obtenidas por microscopía electrónica (SEM) en las que se observaba que a medida que transcurrían los lavados el tamaño de las microcápsulas depositadas sobre las fibras era menor.

##### 4.5. INFLUENCIA DEL LIGANTE (CONTADOR DE PARTÍCULAS)

La fijación de las microcápsulas a los sustratos textiles se realiza mediante el empleo de ligantes, la función de este producto es conseguir que las microcápsulas permanezcan el mayor tiempo sobre el tejido.

En el presente apartado se estudiará como influye la presencia de ligante en la cantidad de microcápsulas contenidas en las aguas de lavado.

En la tabla se muestran los resultados obtenidos para cada baño de lavado en cada una de las formulaciones empleadas.

La composición de cada formulación es la siguiente:

- *Fórmula 1*: 60g/L de del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3).
- *Fórmula 2*: 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) y 5g/L de Resina Center BC.
- *Fórmula 3*: 60g/L del producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) y 10g/L de Resina Center BC.

Número de Lavados	<i>Fórmula 1</i> N. partículas	<i>Fórmula 2</i> N. Partículas	<i>Fórmula 3</i> N. Partículas
1	166.038	26.928	9.627
2	26.179	14.404	3.420
3	18.258	3.666	1.985
4	57.163	6.179	2.952
5	49.557	9.535	3.639
10	27.909	3.693	3.639
15	51.545	4.530	4.041
20	43.943	5.201	4.546
<b>TOTAL</b>	<b>440.592</b>	<b>74.136</b>	<b>33.849</b>

*Tabla 2. Número de partículas presentes en cada uno de los baños de lavado.*

Teniendo en cuenta el número total de microcápsulas calculado para la disolución inicial de producto, 444.110.000 y conociendo el % de impregnación (% pick-up) de cada una de las formulaciones preparadas, es posible determinar la cantidad de microcápsulas que quedan sobre el tejido una vez ha sido impregnado.

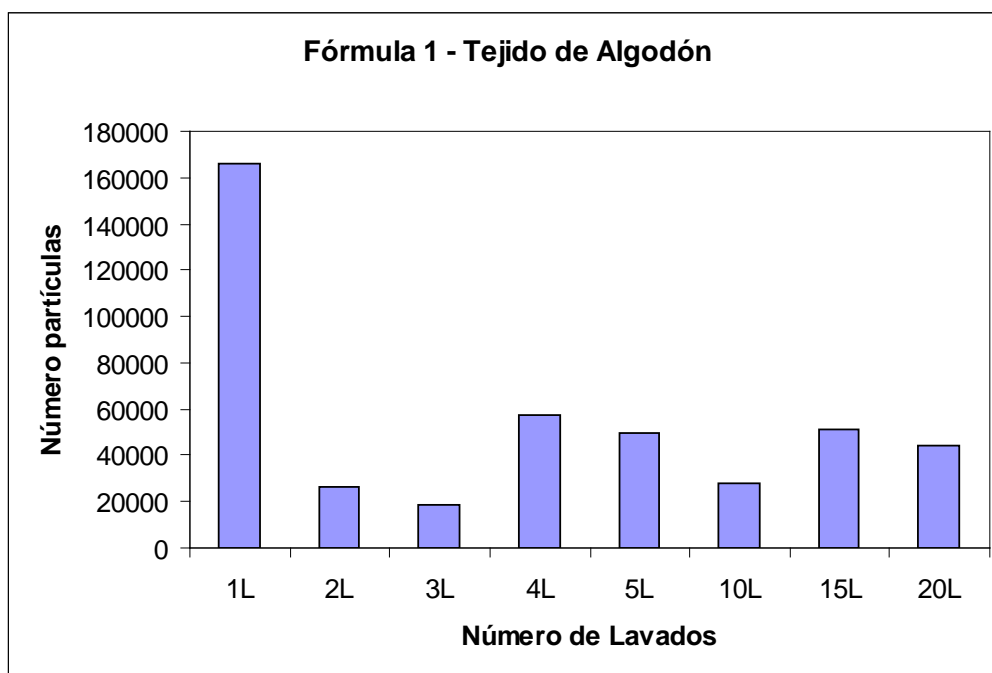
#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Baños	Peso Co seco (g)	Peso Co húmedo (g)	(% Pick-up)	N. Partículas
Fórmula 1	35,59	68,72	93,08	14.665.630
Fórmula 2	28,06	54,48	84,15	11.733.386
Fórmula 3	28,26	55,31	95,71	12.013.175

*Tabla 3. Número de partículas presentes en los tejidos de algodón*

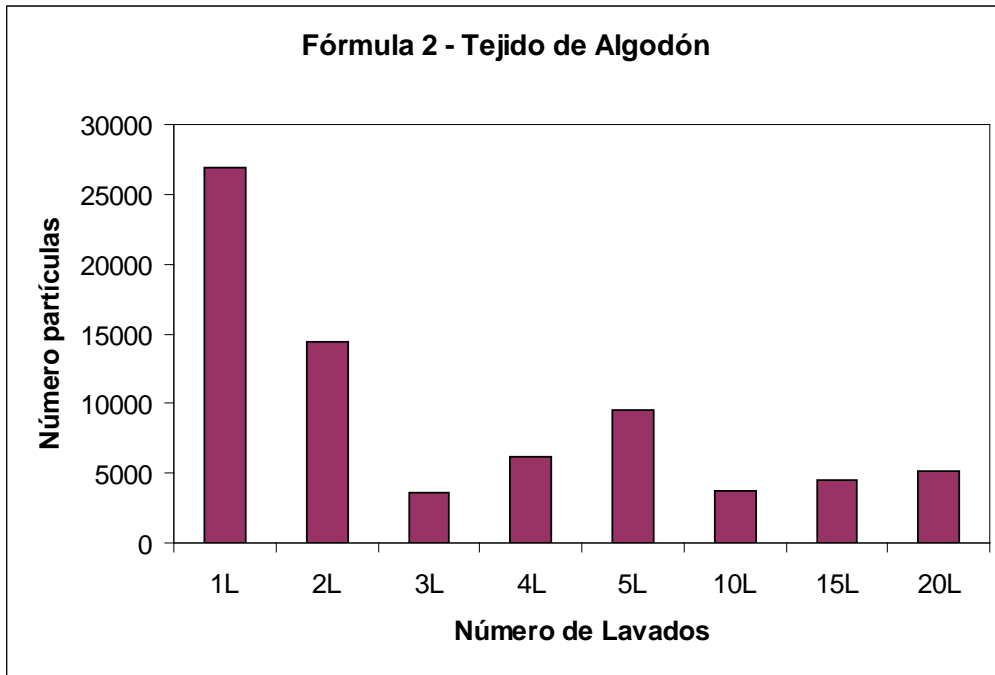
La cantidad de partículas que quedan sobre el tejido es superior al número total de partículas presentes en las aguas de lavado, ello indica que parte de las microcápsulas permanecen sobre el tejido después de someterlos a diversos ciclos de lavado.

La función de la resina, retener las microcápsulas sobre las fibras del tejido, queda reflejada con los resultados obtenidos en *la Tabla 2*.

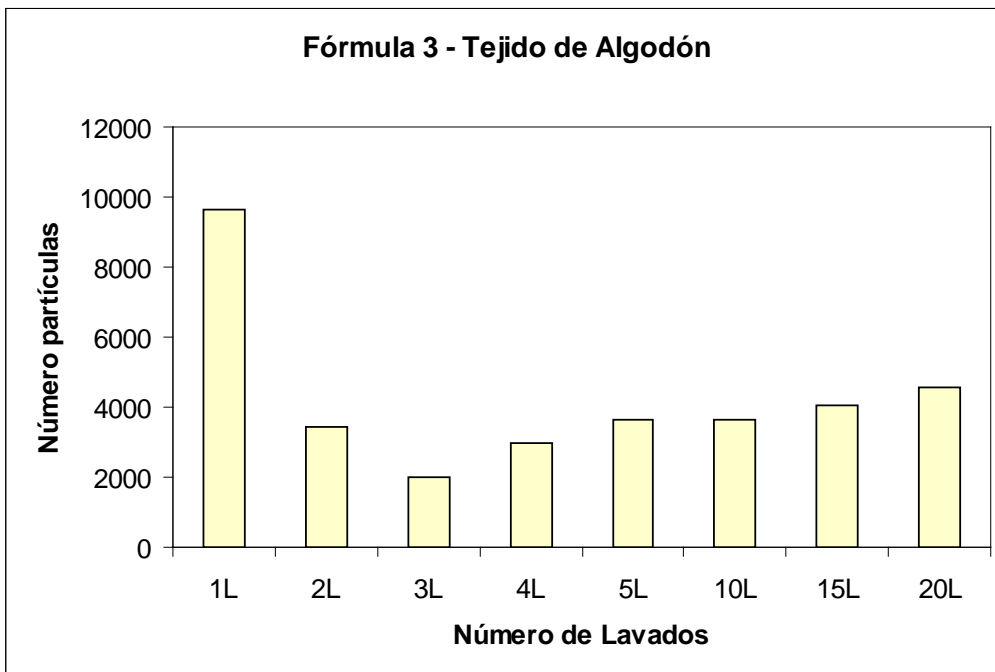


*Fig.16. Representación gráfica del número de partículas producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) 60g/L, en función del número de lavados.*

#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN



*Fig.17. Representación gráfica del número de partículas producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) 60g/L y 5g/L de Resina Center BC, en función del número de lavados.*



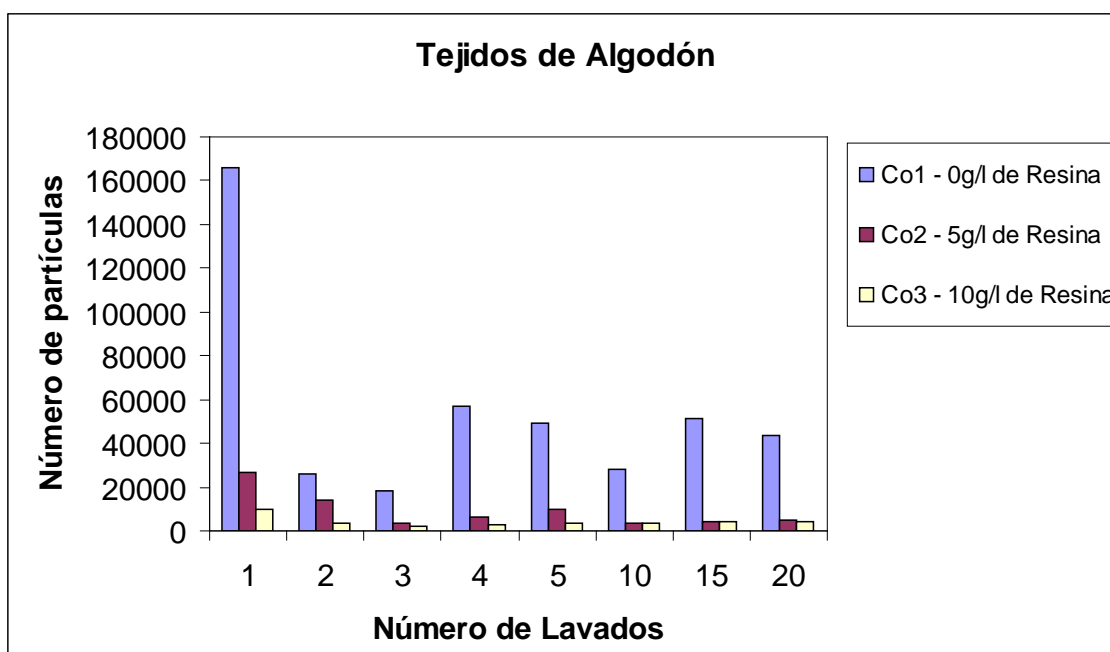
*Fig.18. Representación gráfica del número de partículas producto CENTERFINISH 164/02 (Menta 3) 60g/L y 10g/L de Resina Center BC, en función del número de lavados.*

#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las representaciones gráficas afirman los resultados obtenidos anteriormente al representar el número de partículas en función del diámetro, se observa que en el primer lavado es cuando mayor cantidad de microcápsulas hay presentes en las aguas para las tres formulaciones empleadas, en el resto de lavados la cantidad de microcápsulas en las aguas disminuyen pero no siguen una tendencia lineal.

En cuanto a la presencia de ligante se observa que el número de microcápsulas presentes en los lavados disminuye en las formulaciones 2 y 3, este hecho se observa en las representaciones gráficas y de forma numérica en la tabla 2.

Si se comparan en un mismo gráfico las tres representaciones anteriores se observa como influye el ligante en la cantidad de microcápsulas presentes en las aguas de lavado.



*Fig.19. Comparación del número de partículas en función de la formulación empleada.*

La presencia de resina acrílica como ligante permite retener un mayor número de microcápsulas sobre las fibras.

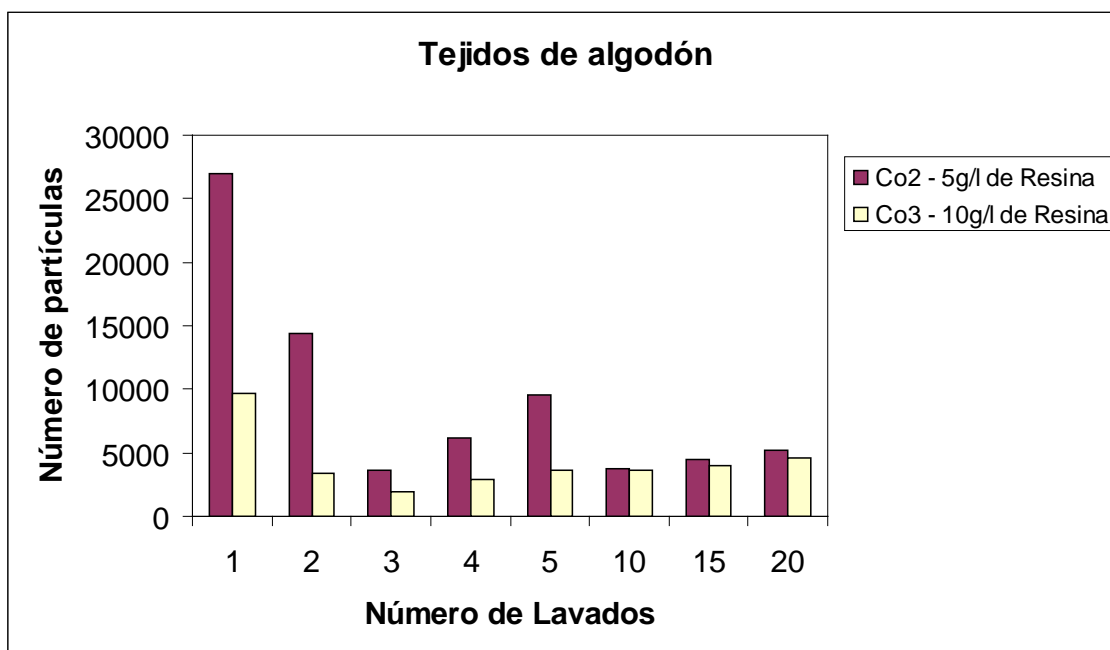
Si se comparan las tres formulaciones se observa que con la fórmula 1 (0g/L de resina) existe una mayor número de microcápsulas en las aguas de lavado, debido

#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

principalmente a que éstas no están ligadas al tejido, ya que la membrana es melaminaformol, no se consigue que reaccione con la fibra, de ahí que al someterlas a procesos de lavado se eliminan con mayor facilidad.

Las formulaciones 2 y 3 presentan menor cantidad de microcápsulas en las aguas de lavado, debido a la presencia de ligante, que retiene las microcápsulas en las fibras del tejido.

Si se comparan las formulaciones que emplean resina acrílica como ligante, se observa:



*Fig.20. Comparación del número de partículas en función de la cantidad de resina empleada*

Empleando menor cantidad de resina, fórmula 2 (5g/L de resina), existe mayor presencia de microcápsulas en las aguas de lavado si se compara con la fórmula 3 (10g/L de resina), este hecho se observa en los primeros lavados, a partir de 10, 15 y 20 lavados ambas formulaciones presentan cantidades de microcápsulas similares, la diferencia no es significativa.

Cabe destacar que cuando la cantidad de resina es de 10g/L se puede considerar que es excesiva ya que incluso algunos imágenes han mostrado gran cantidad de



#### 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

producto entre fibras sin función alguna, que pueden conferir al tejido tactos más ásperos o incluso mayor rigidez.

## 5.- CONCLUSIONES

## 5.- CONCLUSIONES

---

La metodología empleada, así como las técnicas instrumentales utilizadas y los resultados que se extraen de las mismas, permiten llegar a las siguientes conclusiones que a continuación se detallan:

- La microscopía electrónica de barrido (SEM), permite, tras un tratamiento adecuado, “ver” literalmente la superficie de los tejidos a nivel de fibras individuales de algodón. Detectando la presencia y situación de microcápsulas así como su estado.
- La resolución del microscopio electrónico es tan elevada que es posible observar con claridad en las microfotografías la estructura de la pared primaria de las fibras de algodón.
- Esta técnica instrumental permite conocer la tendencia de las microcápsulas a situarse en posiciones concretas, de manera preferencial en los recovecos de las fibras de algodón.
- La deposición de las microcápsulas sobre las fibras de algodón no se realiza de forma homogénea, puede observarse en las microfotografías obtenidas por microscopía electrónica (SEM).
- Las microcápsulas depositadas en las fibras de algodón presentan forma esférica, en cuyo interior se encuentra la materia activa.
- Tras los procesos de lavado la forma esférica de algunas microcápsulas se pierde, transformándose en esferas deshinchadas. Ello es consecuencia de la pérdida de parte del principio activo.
- El tamaño de las microcápsulas contenidas en el producto *CENTERFINISH 164/02 (Menta 3)* no es regular, existen diversos tamaños, puede observarse en las microfotografías obtenidas por microscopía electrónica (SEM) y en la distribución de tamaños del contador de partículas.
- Las microfotografías permiten observar la presencia de resina en aquellas formulaciones que la contienen, su aspecto es similar a la de un adhesivo que tiene como misión retener a las microcápsulas entre las fibras del tejido.
- A mayor cantidad de resina mayor número de microcápsulas se aprecian sobre el tejido tras aplicar los diversos ciclos de lavado, aunque en algunas ocasiones se retiene únicamente la pared, pues el principio activo se ha perdido.

## 5.- CONCLUSIONES

---

- El análisis de las aguas de lavado recogidas después de los sucesivos lavados a los que se han sometido los tejidos de algodón, permite conocer el número de microcápsulas presentes en los baños, así como el tamaño (diámetro) de las mismas.
- La cantidad de microcápsulas en la disolución inicial de producto, así como la cantidad de microcápsulas que hemos calculado sobre el tejido, ha de ser superior a la de las aguas de lavado, ello indica que parte de las microcápsulas han quedado depositadas en las fibras del tejido.
- El número de lavados al que es sometido un tejido influye en la durabilidad y en la estabilidad del producto sobre el sustrato textil.
- La acción de los sucesivos lavados disminuye el contenido de microcápsulas depositadas sobre las fibras de algodón en las tres formulaciones empleadas. Lo que indica una liberación progresiva, objeto de la aplicación de microcápsulas.
- El tamaño de las microcápsulas influye en la permanencia de las mismas sobre las fibras. Las microcápsulas de mayor diámetro soportan menor número de ciclos de lavado sobre las fibras y las que permanecen no contienen materia activa en su interior, este hecho se verifica con las dos técnicas instrumentales empleadas.

Las microcápsulas de menor diámetro permanecen mayor tiempo sobre las fibras de algodón y mantienen su forma esférica durante los sucesivos lavados.

- El número de microcápsulas presentes en las aguas del primer lavado es superior si se compara con el resto de las aguas de lavado, para las tres formulaciones empleadas, ello indica que es en el primer lavado donde mayor cantidad de microcápsulas se desprenden del sustrato.
- A medida que aumenta el número de lavados, la cantidad de microcápsulas presentes en las aguas de lavado es menor, no existe una relación lineal entre el número de lavados y la cantidad de microcápsulas presentes en las aguas.
- El empleo de resina acrílica como ligante permite retener mayor cantidad de microcápsulas sobre el tejido, disminuyendo con ello el número de microcápsulas presentes en las aguas de lavado. La cantidad ha de ser la adecuada, un exceso de resina puede producir un efecto envolvente sobre la microcápsula impidiendo que ésta pueda desprender el principio activo, además de conferir al tejido tactos más ásperos e incluso mayor rigidez. A su vez una

## 5.- CONCLUSIONES

---

dosificación escasa repercutiría en la solidez al lavado y por tanto en la durabilidad de las mismas.

- Al comparar las dos formulaciones que contienen resina se observa que empleando 5g/L de resina acrílica, la cantidad de microcápsulas en las aguas de lavado es superior, a partir de 10, 15 y 20 lavados ambas formulaciones (5g/L y 10g/L de resina) presentan cantidades de microcápsulas similares en las aguas de lavado, la diferencia no es significativa.
- A la vista de los resultados obtenidos se concluye que la cantidad óptima de resina para el procedimiento experimental llevado a cabo es de 10g/L, ya que se consigue retener mayor cantidad de microcápsulas sobre las fibras del tejido.

Como resultado del trabajo se demuestra que la combinación de las dos técnicas experimentales empleadas permite conocer el estado, forma, tamaño, posición y cantidad de microcápsulas presentes en el sustrato textil y en las aguas de lavado, ambas técnicas se complementan.

Así el presente trabajo abre el camino para futuras investigaciones que permitan conocer en profundidad las cantidades óptimas de productos a emplear, el tipo de sustratos y estructura a utilizar, de forma que se consiga optimizar un proceso que permita la mayor permanencia de las microcápsulas sobre los tejidos.

## 6.- TRABAJOS FUTUROS

La presente investigación que constituye la *Tesina Final del Master en Ingeniería Textil*, supone el inicio de un largo trabajo de investigación que concluirá con la realización de la Tesis Doctoral.

A continuación se enumeran una serie de trabajos futuros derivados de la presente investigación:

- Estudio de la deposición de microcápsulas en tejidos de raso de poliéster y algodón cuyo ligado sea un tafetán.
- Influencia de la presencia de ligante en la aplicación de microencapsulados sobre tejidos de raso de poliéster y algodón cuyo ligado sea un tafetán.
- Estudio de la influencia de la deposición de microcápsulas en función de la estructura del tejido utilizado.
- Aplicación de técnicas de irradiación a tejidos microencapsulados para su esterilización.

# ANEXOS



## I.1. INSTRUMENTACIÓN UTILIZADA

A continuación se muestran las fotografías de la diversa instrumentación empleada para poder desarrollar los objetivos propuestos en la presente investigación.

- Fotografía 1: Fulard horizontal (2608 TEPA), empleado para la aplicación de las microcápsulas.
- Fotografía 2: Linitest (de Hannau), utilizado para realizar los ensayos de resistencia al lavado.
- Fotografía 3: Recipientes empleados para el lavado de los sustratos textiles.
- Fotografía 4: Estufa de aire forzado (WTC Binder 030), permite el secado de las muestras después de los lavados.
- Fotografía 5: Aguas de lavado, procedentes de lavados sucesivos de los tejidos de algodón.
- Fotografía 6: Microscopio electrónico de barrido (JEOL USA Inc., Peabody, USA), servicio de microscopía del Campus de Vera de la Universidad Politécnica de Valencia
- Fotografía 7: Tejidos recubiertos de oro sobre el portamaterias del microscopio electrónico, preparación previa de los tejidos.
- Fotografía 8: Contador de partículas, Coulter Counter serie Z2.
- Fotografía 9: Recipiente empleado en el contador de partículas, contiene la disolución de lavado para su análisis.
- Fotografía 10: Software empleado para la recogida de datos del contador de partículas, Z2 ACCUCOMPR de Beckam Coulter.



*Fotografía 1*



*Fotografía 2*



*Fotografía 3*



*Fotografía 4*



*Fotografía 5*



*Fotografía 6*



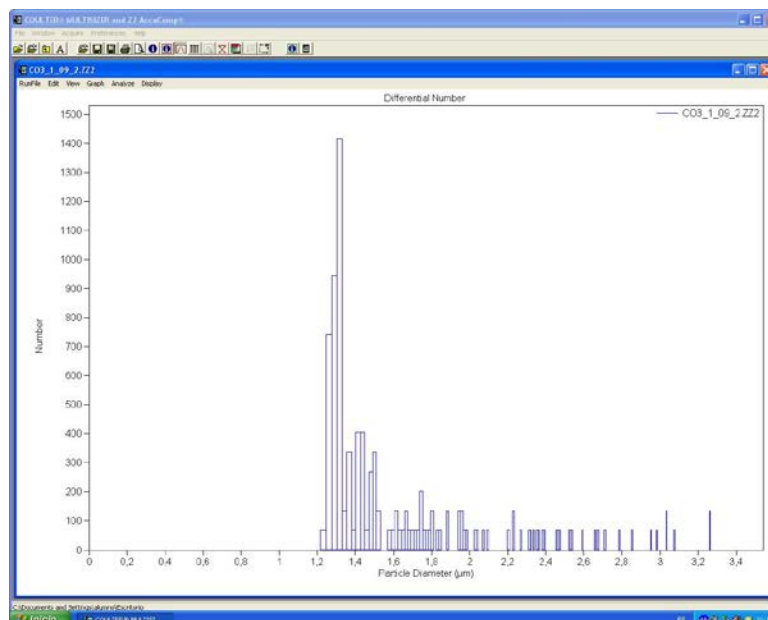
*Fotografía 7*



*Fotografía 8*



*Fotografía 9*



*Fotografía 10*

## PRODUCCIÓN CIENTÍFICA

### FABRIC STRUCTURE INFLUENCE IN THE DEPOSITION OF FLAVOUR MICROCAPSULES

Pablo Monllor<sup>1</sup>, Lucía Capablanca, Pablo Díaz<sup>1</sup>, M. Angeles Bonet<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidad Politécnica de Valencia. Plaza Ferrándiz-Carbonell s/n, 03801 Alcoy (Alicante) SPAIN.

Phone: +34966528470; e-mail: maboar@txp.upv.es

#### INTRODUCTION

This work studies the influence of the fabric structure on the procedure of applying by impregnation flavour microcapsules. The research is focused to determine the influence of fabric weight, fabric weave and the number of fibres yarn in the number of microcapsules that remaining on the fabric after treatment. Scanning Electron Microscopy (SEM) allows to study the influence of these parameters.

The objective of this work is to prove that the fabric structure can influence in the deposition of flavour microcapsules, diminishing or increasing the product's effectiveness.

#### MATERIALS AND METHODS

##### Materials

Fabrics used were 100% cotton and 100% polyester, cotton fabric had been chemically bleached with peroxide in an industrial process. The fabrics characteristics are show in table 1.

Sample	Composition (%)	Structure	Weight (g/m <sup>2</sup> )
Cotton	100	Plain	115
Jacquard Cotton	100	Sateen	210
Polyester	100	Sateen	140

Table 1. Fabric characteristics.

Microcapsules (Mint Flavour Centerfinish 164/02) and acrylic resin (RESIN CENTER BC) were supplied by Color Center (Spain).

##### Procedure

Microcapsules were added to fabrics by padding. For padding, samples were obtained by a 2608 TEPA foulard of 1Kw. Bath treatment for impregnation was composed of 60 g/L of microcapsules product and 10g/L of acrylic resin. Foulard work was performed at a speed of 2 m/min in order to obtain a pick up about 80-90%.

Samples were thermally fixed in order to polymerize the acrylic resin a scale pin stenter at 100°C for 5 minutes in a WTC BINDER 030.

For surface observation, a SCANNING MICROSCOPE JEOL JSM-6300 scanning electron microscope (SEM) was used. Each sample was fixed on a standard sample holder and sputter coated with gold. It was then examined with a SEM with suitable acceleration voltage (10 kV) and magnification.

#### BIBLIOGRAFÍA

- [1] G. Nelson, Application of microencapsulation in textiles. International Journal of Pharmaceutics 242 (2002) pp 55-62.
- [2] P.Monllor, M. Bonet, F. Cases, Characterization of the behaviour of flavour microcapsules in Cotton Fabrics. European Polymer Journal 43. (2007) pp 2481-2490.
- [3] G. Nelson, Microencapsulates in textile coloration and finishing. Rev. Prog. Coloration, Vol 21, 1991.
- [4] G. Nelson, Microencapsualtion in textile finishing. Rev. Prog. Coloration, Vol 321, 2001.
- [5] Gordon Nelson. Application of microencapsulation in textiles. International Journal of Pharmaceutics 242 (2002) pp 55-62.

#### Acknowledgements

The authors want to thank to the Color Center Company for providing the products used in this study.

#### RESULTS AND DISCUSSION

##### Scanning Electron Microscopy (SEM)

Figure 1 shows the SEM micrographs of two cotton fabrics with microcapsules applied by impregnation. There is a significant difference in the number of microcapsules that remaining on the fabric depends on the fabric weight. The number of microcapsules that remaining on the fabric is higher when the fabric weight increases (Figure 1b).

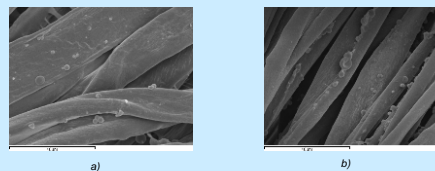


Figure 1. SEM images from cotton fabrics with microcapsules and acrylic resin. a) Cotton fabric 115g/m2. b) Jacquard cotton fabric 210 g/m2.

Figure 2 shows the SEM micrographs of cotton and polyester fabrics with microcapsules applied by impregnation. Certain differences can be appreciated. It can be observed that the fabric weave has influence in the number of microcapsules deposited on the fabric. Figure 1b, sateen polyester fabric with a heavy raport contains more microcapsules than figure 1a, fabric with light raport

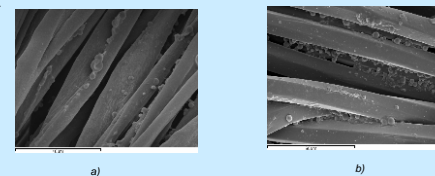


Figure 2. SEM images from cotton and polyester fabrics with microcapsules and acrylic resin. a) Sateen Jacquard Cotton fabric. b) Sateen Polyester Cotton fabric.

Figure 3 shows the SEM micrographs of a polyester fabric with microcapsules applied by padding. We can appreciate differences between fibres surface and fibres inside the fabric. The figure shows more microcapsules on fibres yarns in the surface.

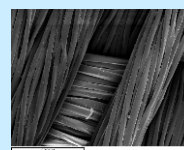


Figure 3. SEM image from sateen polyester fabric with microcapsules and acrylic resin.

The fabric structure, it's an important parameter to consider in the microcapsules application on fabrics. We can observe that the fabric weight and fabric weave have an important influence in the number of microcapsules that remaining on the fabric for the same padding treatment, Scanning Electron Microscopy shows these differences.

Number of fibres yarn in the surface is another parameter to consider. There is a significant difference in the number of microcapsules that remaining on the fibres yarn surface and those who remain inside the fabric.