

Evaluación de las variables que intervienen en el proceso de aplicación de microcápsulas a estructuras textiles

LUCÍA CAPABLANCA FRANCÉS

EDITORIAL
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA TEXTIL Y PAPELERA
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA

TESIS DOCTORAL

"Evaluación de las variables que intervienen en el proceso de aplicación de microcápsulas a estructuras textiles"

Autor:

Lucía Capablanca Francés

Dirigida por:

Dra. M^a Ángeles Bonet Aracil

Dr. Pablo Monllor Pérez

Alcoy, Marzo 2013



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA



Esta editorial es miembro de la UNE, lo que garantiza la difusión y comercialización de sus publicaciones a nivel nacional e internacional.

© Lucía Capablanca Francés

Primera edición, 2013

© de la presente edición:

Editorial Universitat Politècnica de València

www.editorial.upv.es

ISBN: 978-84-9048-062-5 (versión impresa)

Queda prohibida la reproducción, distribución, comercialización, transformación, y en general, cualquier otra forma de explotación, por cualquier procedimiento, de todo o parte de los contenidos de esta obra sin autorización expresa y por escrito de sus autores.

***Sorprendernos por algo es el primer paso de la
mente hacia el descubrimiento***

(Louis Pasteur)

Agradecimientos

En primer lugar quería agradecer al Ministerio de Educación, Cultura y Deporte la concesión de mi beca FPU para la realización de esta tesis doctoral. A la *Dra. M^a Ángeles Bonet*, por aportar su currículum para la concesión de mi beca, sin ella esto no hubiera sido posible.

A mis directores de tesis, *Dra. M^a Ángeles Bonet* y *Dr. Pablo Monllor*, por el apoyo recibido a lo largo de todos estos años tanto en los buenos como en los malos momentos y por todos los conocimientos que me han transmitido.

A mis compañeros y profesores, *Eva Bou*, *Pablo Díaz*, *Nacho Montava*, *Jaime Pey* y *Jaime Gisbert*, por la confianza que han depositado en mí y el apoyo recibido, así como todo lo que he aprendido de ellos.

A nuestro técnico de laboratorio *Manolo Zamorano*, por toda la ayuda prestada en la parte experimental de este trabajo.

A la empresa *Anglès Textil, ANTEX S.A.*, por la muestras de tejidos de poliéster facilitadas para la realización de una parte de la investigación.

Al *Centro de Innovación Tecnológica (CTF)* perteneciente al CIT de la Universidad Politécnica de Cataluña, por la realización de los ensayos de resistencia a la abrasión por el Método Martindale.

A la persona que me introdujo en el mundo de la investigación y aunque nuestros campos de investigación cambiaron, siempre está ahí, *Juan Ignacio Torregrosa*.

Al Centro de Transferencia de Tecnología y a la Subdirección de I+D del Campus de Alcoy de la UPV durante mis años de becaria con ellos, *Ana Amat*, *Vicente Díez* y *M^a José Camarasa*, por haberme enseñado el tema burocrático de la investigación y animado a seguir hacia adelante.

A mis profesores del Departamento de Ingeniería Química y Nuclear del Campus de Alcoy de la UPV, *Antonio Abad*, *Fernanda López* y *Antonia Valor*, por su apoyo y ánimos, y también por todos aquellos momentos compartidos durante las investigaciones con ozono en Viaducto.

A todas aquellas personas de la universidad que en algún momento de este largo trayecto han estado presentes y han sido compañeros: *personal de administración, compañeros y doctorandos de departamento, técnicos de laboratorio, becarios y técnicos de investigación de otros departamentos, etc.*

A *Manu* y *M^a Jesús* por corregirme las versiones en inglés y valenciano.

A mi pilar fundamental, *mi familia*, por su apoyo constante e incondicional en todos y cada uno de los momentos de mi vida.

A mi compañero, mi amigo y mi pareja, *José Luis*, por su enorme paciencia y por el apoyo constante a lo largo de todos estos años.

A toda mi gente por creer siempre en mis posibilidades y animarme en todo momento, *Isabel, Ángela, Gio, M^a Ángeles, Loli, Vicenta, Rosana.*

Y muy especialmente a mi amiga, mi confidente y mi mejor fan, que seguro que desde donde pueda verme estará orgullosa de este trabajo, *a mi Abuela.*

Evaluación de las variables que intervienen en el proceso de aplicación de microcápsulas a estructuras textiles

Las microcápsulas de aplicación textil se han extendido en los últimos años. Cada vez son más las empresas que muestran la inquietud de poder caracterizar sus productos textiles una vez incorporadas las microcápsulas, o incluso en desarrollar las suyas propias. El Grupo de Investigación en la Industria Textil (GIITEX) de la Universitat Politècnica de València (UPV) ha desarrollado un sistema de cuantificación de las microcápsulas sobre los textiles, que supone el punto de partida de la presente investigación.

El efecto de las microcápsulas es medido usualmente por la presencia de una propiedad, como la medida del olor cuando un aroma o fragancia son encapsulados. La caracterización de tejidos impregnados con estas materias activas, ha sido llevada a cabo mediante el uso de técnicas y métodos analíticos que permiten caracterizar la funcionalización de dichos sustratos textiles.

La Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) permite conocer el estado, posición y distribución de las microcápsulas sobre la superficie de los sustratos textiles. El Contador de Partículas cuantifica el número de partículas presentes en los baños de productos iniciales así como en los residuales después de las aplicaciones y ciclos de lavado. La Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) permite cuantificar la presencia de microcápsulas en la superficie de los tejidos, mientras que la Espectroscopía Electrónica de Rayos X (XPS) corrobora dicha presencia, siendo ambas técnicas complementarias a la microscopía.

Con el desarrollo de este proyecto se pretende evaluar las propiedades de los tejidos utilizados y los parámetros de los distintos procesos de aplicación empleados: impregnación, agotamiento, recubrimiento y pulverizado, que influyen en la aplicación de microcápsulas sobre tejidos. El principal objetivo radica en poder controlarlos y optimizar los procesos de aplicación.

Durante el uso y mantenimiento de los tejidos se produce cierta agresión a los mismos como puede ser el frote o los diversos ciclos de lavado, la correcta optimización de los parámetros de cada proceso de aplicación, asegura la mayor o menor permanencia de las microcápsulas sobre los tejidos frente a estos agentes.

Evaluation of the variables involved in the process of application of microcapsules to textile structures

Textile implementing microcapsules have expanded in recent years. More and more companies are showing their concern to characterize textiles once the microcapsules have been incorporated, or are even willing to develop their own. The Polytechnic University of Valencia (UPV) Research Group in Textile Industry (GIITEX) has developed a quantification microcapsules system on textiles, which sets the starting point of this research.

The microcapsules effect is usually measured by the presence of a property, such as the measure of odour when a flavour or fragrance are encapsulated. The characterization of fabrics impregnated with these active substances, has been carried out by using techniques and analytical methods to characterize the functionalization of these textile substrates.

Scanning Electron Microscopy (SEM) allows to know about the microcapsules status, location and distribution on the textile substrates surface. The particle counter counts the number of particles in the initial products baths as well as the residual baths after application and washing cycles. Spectroscopy Fourier Transform Infrared (FTIR) quantifies the presence of microcapsules on the fabrics surface, while the X-Ray Electron Spectroscopy (XPS) confirms that presence, both techniques being complementary to microscopy.

The aim of this project is to evaluate the properties of the used fabrics and the parameters of the various application processes used: impregnation, exhaustion, coating, and spraying, which have influence on the application of microcapsules on fabrics. The main objective is to be able to control and optimize the application processes.

Throughout the use and maintenance of fabrics some aggression occurs to them such as the scrub or the various washing cycles. The proper optimization of the parameters of each application process, more or less ensures the retention of microcapsules on fabrics against these agents.

Avaluació de les variables que intervenen en el procés d'aplicació de microcàpsules a estructures tèxtils

Les microcàpsules d'aplicació tèxtil s'han estés en els últims anys. Cada vegada són més les empreses que mostren inquietud per poder caracteritzar els seus productes tèxtils una vegada incorporades les microcàpsules, o fins i tot a desenvolupar les seues pròpies. El Grup d'Investigació en la Indústria Tèxtil (GIITEX) de la Universitat Politècnica de València (UPV) ha desenvolupat un sistema de quantificació de microcàpsules sobre els tèxtils, que hi suposa el punt de partida de la present investigació.

L'efecte de les microcàpsules és mesurat usualment per la presència d'una propietat, com ara la mesura de l'olor quan una aroma o fragància són encapsulades. La caracterització de teixits impregnats amb aquestes matèries actives, ha estat duta a terme mitjançant l'ús de tècniques i mètodes analítics que permeten caracteritzar la funcionalització d'aquests substrats tèxtils.

La Microscòpia Electrònica de Barreig (SEM) permet conèixer l'estat, posició i distribució de les microcàpsules sobre la superfície dels substrats tèxtils. El Comptador de Partícules quantifica el nombre de partícules presents als banys de productes inicials així com als residuals després de les aplicacions i cicles de rentat. L'Espectroscòpia Infraroja per Transformada de Fourier (FTIR) permet quantificar la presència de microcàpsules en la superfície dels teixits, mentre que l'Espectroscòpia Electrònica de Rajos X (XPS) corrobora aquesta presència, sent ambdues tècniques complementàries a la microscòpia.

Amb el desenvolupament d'aquest projecte es pretén avaluar les propietats dels teixits utilitzats i els paràmetres dels diferents processos d'aplicació emprats: impregnació, esgotament, recobriment i polvoritzat, que influeixen en l'aplicació de microcàpsules sobre teixits. El principal objectiu rau a poder controlar-los i optimitzar els processos d'aplicació.

Durant l'ús i manteniment dels teixits es produeix certa agressió als mateixos com pot ser el frec o els diversos cicles de rentat, la correcta optimització dels paràmetres de cada procés d'aplicació, assegura la major o menor permanència de les microcàpsules sobre els teixits enfront d'aquests agents.

1.	INTRODUCCIÓN	13
1.1.	Industria textil e innovación	14
1.1.1.	Textiles inteligentes	14
1.1.2.	Textiles funcionales	16
1.1.3.	Microencapsulación	18
1.1.3.1.	Concepto de microcápsula	19
1.1.3.2.	Mecanismos de liberación	22
1.1.3.3.	Técnicas de microencapsulación	24
1.2.	Microencapsulados aplicados a textiles	26
1.2.1.	Tipos de membrana	30
1.2.2.	Principios activos	31
1.2.2.1.	Microcápsulas de cambio de fase (PCM's)	32
1.2.2.2.	Microcápsulas con propiedades hidratantes	34
1.2.2.3.	Microcápsulas repelentes de insectos	35
1.2.2.4.	Microcápsulas aromáticas	37
1.3.	Métodos de aplicación de microcápsulas	40
1.3.1.	Aplicación por impregnación	42
1.3.1.1.	Procesos por fulardado	42
1.3.1.2.	Contacto indirecto	44
1.3.2.	Aplicación por agotamiento	45
1.3.2.1.	Materia textil estática y disolución en movimiento	47
1.3.2.2.	Materia textil en movimiento y disolución estática	48
1.3.2.3.	Materia textil y disolución en movimiento	48
1.3.3.	Aplicación por recubrimiento	49
1.3.3.1.	Recubrimiento directo	50
1.3.4.	Aplicación por pulverizado	51
1.4.	Fijación microcápsulas a sustratos textiles	52
1.5.	Bibliografía	55
2.	HIPÓTESIS DE PARTIDA Y OBJETIVOS	70
2.1.	Hipótesis de partida	71
2.2.	Objetivos	72
3.	EXPERIMENTAL	73

3.1. Descripción general	74
3.2. Materiales	74
3.2.1. Productos comerciales microencapsulados	74
3.2.2. Productos auxiliares	75
3.2.3. Tejidos	76
3.2.3.1. Optimización cantidad de ligante	76
3.2.3.2. Comportamiento del ligante durante los ciclos de lavado	77
3.2.3.3. Fibras filicas y fóbicas	78
3.2.3.4. Gramaje del tejido	78
3.2.3.5. Sección transversal de las fibras	79
3.2.3.6. Proceso de tejeduría	79
3.2.3.7. Optimización temperatura de trabajo, temperatura curado de la resina, relación de baño y concentración de productos	80
3.2.3.8. Optimización variables procesos de recubrimiento y pulverizado	81
3.2.3.9. Resumen tejidos utilizados	82
3.3. Métodos	83
3.3.1. Caracterización productos comerciales	83
3.3.2. Tratamiento previo de los tejidos	84
3.4. Métodos de aplicación de productos microencapsulados	84
3.4.1. Aplicación por impregnación	85
3.4.1.1. Composición del baño	85
3.4.1.2. Tratamientos posteriores	86
3.4.2. Aplicación por agotamiento	87
3.4.2.1. Composición de los baños	88
3.4.2.2. Tratamientos posteriores	91
3.4.3. Aplicación por recubrimiento	91
3.4.3.1. Composición de las pastas de recubrimiento	91
3.4.4. Aplicación por pulverizado	92
3.4.4.1. Composición de los baños	93
3.5. Ensayos de uso y mantenimiento. Vida útil	93
3.5.1. Ensayos de resistencia al lavado	94
3.5.2. Ensayos de resistencia al lavado doméstico	95
3.5.3. Ensayos de resistencia a la abrasión	96
3.6. Técnicas instrumentales y analíticas	97
3.6.1. Determinación del gramaje de los tejidos	97
3.6.2. Determinación del residuo seco	97
3.6.3. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	98

3.6.4. Contador de partículas	101
3.6.5. Espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR)	103
3.6.6. Espectroscopía electrónica de rayos X (XPS)	104
3.7. Análisis organoléptico	106
3.8. Diagrama de flujo del proceso	107
3.9. Bibliografía	108
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	109
4.1. Caracterización productos comerciales	110
4.1.2. Estado de los productos. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	111
4.1.3. Composición química de la materia activa y de la membrana. Espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR)	114
4.1.4. Distribución de tamaños y cantidad de partículas. Contador de partículas	116
4.1.5. Conclusiones parciales	118
4.2. Aplicación por impregnación	120
4.2.1. Optimización cantidad de ligante	120
4.2.1.1. Conclusiones parciales	123
4.2.2. Cálculo del número de partículas depositadas sobre los tejidos	124
4.2.2.1. Conclusiones parciales	125
4.2.3. Influencia de la concentración de ligante en la resistencia de los productos microencapsulados a los lavados sucesivos	126
4.2.3.1. Análisis organoléptico	140
4.2.3.2. Conclusiones parciales	143
4.2.4. Comportamiento del ligante durante los ciclos de lavado	143
4.2.4.1. Conclusiones parciales	149
4.2.5. Influencia de la naturaleza de las fibras en la deposición de productos microencapsulados. Fibras filicas y fóbicas	149
4.2.5.1. Conclusiones parciales	153
4.2.6. Influencia del gramaje del tejido	153
4.2.6.1. Ensayos de resistencia al lavado	155
4.2.6.1.1. Análisis organoléptico	159
4.2.6.2. Conclusiones parciales	161
4.2.7. Ensayos de resistencia de los productos microencapsulados al lavado doméstico	161
4.2.7.1. Análisis organoléptico	166
4.2.7.2. Conclusiones parciales	168
4.2.8. Influencia de la sección transversal de las fibras	168

4.2.8.1. Ensayos de resistencia al lavado	172
4.2.8.1.1. Análisis organoléptico	177
4.2.8.2. Conclusiones parciales	178
4.2.9. Influencia proceso de tejeduría	179
4.2.9.1. Acción de los lavados sucesivos. Estudio comparativo	181
4.2.9.2. Acción de la abrasión. Estudio comparativo	184
4.2.9.3. Conclusiones parciales	191
4.2.10. Validación de los resultados obtenidos	191
4.2.10.1. Conclusiones parciales	196
4.3. Aplicación por agotamiento	197
4.3.1. Tratamiento previo de los tejidos	197
4.3.1.1. Conclusiones parciales	199
4.3.2. Optimización parámetros del proceso de aplicación por agotamiento	199
4.3.2.1. Optimización temperatura de trabajo	201
4.3.2.1.1. Conclusiones parciales	212
4.3.2.1.2. Estudio de la estabilidad de los productos comerciales frente a la temperatura	212
4.3.2.1.2.1. Conclusiones parciales	218
4.3.2.2. Optimización temperatura de curado de la resina	218
4.3.2.2.1. Conclusiones parciales	223
4.3.2.3. Influencia de la relación de baño	223
4.3.2.3.1. Conclusiones parciales	229
4.3.2.4. Optimización concentración de productos	230
4.3.2.4.1. Conclusiones parciales	237
4.3.3. Validación de los resultados obtenidos	240
4.3.3.1. Espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR)	240
4.3.3.2. Espectroscopía electrónica de rayos X (XPS)	243
4.3.3.3. Conclusiones parciales	253
4.4. Aplicación por recubrimiento y pulverizado	254
4.4.1. Aplicación por recubrimiento	254
4.4.1.1. Optimización concentración baño de productos	254
4.4.1.2. Ensayos de resistencia al lavado	258
4.4.1.3. Análisis organoléptico	261
4.4.1.4. Conclusiones parciales	262
4.4.2. Aplicación por pulverizado	263
4.4.2.1. Optimización concentración baño de productos	263
4.4.2.2. Ensayos de resistencia al lavado	266
4.4.2.3. Análisis organoléptico	268
4.4.2.4. Conclusiones parciales	270

4.4.3. Comparación entre ambos procedimientos. Conclusiones parciales	270
4.5. Bibliografía	273
5. CONCLUSIONES	274
5.1. Caracterización productos comerciales	275
5.2. Aplicación por impregnación	276
5.3. Aplicación por agotamiento	278
5.4. Aplicación por recubrimiento y pulverizado	281
5.4.1. Aplicación por recubrimiento	281
5.4.2. Aplicación por pulverizado	281
5.5. Método de análisis	282
5.6. Conclusiones finales	282
6. INVESTIGACIONES FUTURAS	285

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 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.

1.1.1. TEXTILES INTELIGENTES

Los textiles inteligentes son considerados como una nueva generación de fibras, tejidos y artículos gracias a sus enormes posibilidades y funcionalidades. Proporcionan una evidencia del potencial y de las enormes oportunidades que todavía pueden realizarse en la industria textil, en la moda o en el diseño, así como en el sector de textiles técnicos. Por otro lado, estos progresos son el resultado de la colaboración

activa de diferentes disciplinas: ingeniería, ciencia, diseño, desarrollo de procesos, business y marketing.

Se definen como los textiles capaces de alterar sus propiedades en respuesta a la acción de diferentes estímulos externos, físicos o químicos, principalmente con el objetivo de conferir beneficios adicionales a sus usuarios [2].

Según su actividad funcional pueden clasificarse en tres categorías [2-3]:

- *Pasivos*, materiales que por sus propiedades intrínsecas reaccionan de manera controlada ante ciertos estímulos. Mantienen sus características independientemente del entorno exterior (sólo “sienten” los estímulos exteriores), destacándose entre ellos, textiles que regulan la distribución de aromas o fragancias, de cosméticos, medicamentos, etc.
- *Activos*, actúan específicamente sobre un agente exterior (no sólo “sienten” el estímulo exterior sino que reacción ante él), algunos ejemplos: textiles camaleónicos, hidrófugos, termorregulables, etc.
- *Muy activos*, este tipo de tejidos adaptan automáticamente sus propiedades al percibir cambios o estímulos externos. Actualmente, la producción de estos textiles es una realidad, ya que son fruto de una conjunción favorable entre el textil tradicional y otras disciplinas científicas, como la ciencia de los materiales, la mecánica estructural, la tecnología de los sensores, detectores de tecnología de procesos avanzados, la electrónica, la comunicación, la inteligencia artificial, la biología, etc.

Algunos ejemplos característicos de textiles inteligentes son: textiles que incorporan microcápsulas como las de cambio de fase (PCM's), antimosquitos, cosmetotextiles, textiles crómicos o camaleónicos, textiles que conducen la electricidad, materiales con memoria de forma, desarrollos que incorporan la informática y la electrónica a los textiles, nanotecnología, textiles antimicrobianos, textiles que protegen de la radiación ultravioleta, etc.

Los textiles inteligentes pueden obtenerse empleando directamente en la fabricación del tejido las llamadas “fibras inteligentes”, que son aquellas que pueden reaccionar ante la variación de estímulos tales como la luz, el calor, el sudor, etc., en el lugar donde se produce dicha variación, pero que se comportan como fibras convencionales allí donde el estímulo no actúa. Por ejemplo, una fibra inteligente sería aquella que, al percibir una variación de temperatura cambiara de color. Por otro lado, también puede incorporarse tecnología en la fase de hilado mediante la introducción de materiales activos y sensores. Finalmente, también puede obtenerse mediante la aplicación de determinados *acabados a los tejidos*, que produzcan los mismos o diferentes efectos que los logrados con el empleo de “fibras inteligentes”. [2]

La tecnología de estos textiles puede solaparse con otras importantes tecnologías como, la microelectrónica, la informática, la nanotecnología y los biomateriales.

1.1.2. TEXTILES FUNCIONALES

En la era actual, en la que el consumo se ha frenado como consecuencia de la crisis, son los consumidores quienes exigen a los artículos, ya sean textiles o de cualquier otro sector industrial, cierta funcionalidad añadida. Éstos deben satisfacer exigencias y necesidades impuestas por la sociedad y por el ritmo de vida, además de presentar una elevada calidad y vida útil.

La innovación en términos de calidad, funcionalidad y durabilidad son las tendencias que rigen a la industria de acabados textiles en nuestros días. La novedad en acabados que ofrecen algo extra y beneficioso para el consumidor final, no sólo mejora el atractivo del producto, sino que también aumenta la rentabilidad del productor de modo que tanto el consumidor como el productor obtienen un beneficio mutuo.

La mayoría de los productos que se lanzan al mercado ofrecen diversas funcionalidades, son meras estrategias de marketing, y los consumidores deben ser conscientes de ello. Cualquier producto que presente una funcionalidad adicional debe ser capaz de demostrarlo por la correspondiente normativa aplicable a esa funcionalidad. A los acabados funcionales, además de ser eficaces, se les exige

durabilidad, de forma que el consumidor tenga la seguridad de que mantienen sus propiedades a lo largo de su ciclo de vida. Acabados como aromaterapia o antialérgicos, son eficaces y populares porque ofrecen al usuario una sensación de frescor durante el día [4].

La innovación en la industria textil ha cobrado un nuevo impulso al combinar las prestaciones de sus productos con los de otras industrias como por ejemplo, la farmacéutica y cosmética.

Como ejemplo de combinación de ambas industrias, se destaca el empleo de ciclodextrinas y liposomas, sistemas de liberación controlada y prolongada utilizados en las industrias farmacéuticas y cosmética que surgen como consecuencia de la necesidad de conseguir el mayor tiempo de exposición de los principios activos, así como permitir una mayor penetración y protección.

Algunos ejemplos de aplicación de los mismos en las industrias cosmética y farmacéutica son: *liposomas* utilizados en medicina como anticancerígenos, antimicrobianos, etc., en función de su composición, tamaño, carga de la superficie, etc., se puede alterar su distribución en el organismo, o variar su tiempo de vida en él [5]. Respecto a la encapsulación mediante liposomas en cosmética, se destaca el empleo de activos como vitaminas (A, E, C,...), péptidos, enzimas, extractos vegetales, cafeína, autobronceadores, hidratantes, etc. [6-8].

Para el caso de las *ciclodextrinas*, una de sus principales y potenciales aplicaciones es la industria farmacéutica, por ejemplo, ingredientes que son irritantes a la piel o a los ojos se pueden encapsular en ciclodextrinas reduciendo su irritabilidad [9,10]. Este mismo efecto permite, en muchas ocasiones, que ingredientes activos que son líquidos o volátiles puedan ser manejables y se puedan formular como sólidos estables [10,11]. Básicamente, las ciclodextrinas le confieren mayor solubilidad a un fármaco, por ejemplo la nicotina, se consume en forma de chicle o tableta sublingual debido a su efecto irritante y astringente. En esta forma, la nicotina viene acompañada de cierta ciclodextrina que al estar envolviendo a la nicotina, impide que la boca haga contacto directo con ella [12]. En el campo de la cosmética se destaca [10,13], la

eliminación de olores formados en la degradación microbiana del sudor, incorporándose con este fin en desodorantes de barra; mejora de la solubilidad de determinados compuestos como el retinol, empleado en formulaciones anti-envejecimiento, al tiempo que los complejos con ciclodextrina son más estables a la reacción de oxidación y a la acción de la radiación ultravioleta.

En el campo textil los liposomas pueden ser utilizados en la tintura de la lana con colorantes dispersos en los que los liposomas actúan como carriers [14,15]; tintura de la lana con colorantes ácidos [16] y de complejo metálico [17-19], etc. Las ciclodextrinas se utilizan con éxito en los acabados textiles en la retención de aromas [20].

Esta posibilidad abre nuevas vías no sólo para el textil, sino para el resto de industrias, pero plantea delicados problemas para una correcta inserción de las sustancias pertenecientes a este tipo de sectores industriales; pues debe asegurarse que la inserción de estos productos mantenga las propiedades iniciales de fibras, hilos, tejidos, etc., tenga una longevidad adecuada a lo largo de la vida útil del producto textil, resistan al uso continuado y mantenimiento, etc. Como una solución a la problemática planteada, la *técnica de microencapsulación* se convierte en un gran atractivo.

1.1.3. 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, tinte a partir de gelatina como agente encapsulante mediante un proceso de coacervación. [21-23]

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 que contenían microcápsulas que encerraban el perfume que se liberaba en el momento oportuno. [21]

Desde entonces, la técnica de microencapsulación ha sido mejorada constantemente, modificándola y adaptándola para variedad de aplicaciones. Se ha convertido en un ejemplo de conocimiento tecnológico intensivo y dinámico, caracterizado por un rápido crecimiento en la solicitud de patentes, lo que refleja la investigación y desarrollo tanto a nivel industrial como de universidad, institutos de investigación, centros tecnológicos, etc., así como por un número creciente de publicaciones de nuevos artículos científicos que derivan de la investigación básica [24].

Además de en las industrias gráficas, las microcápsulas han sido utilizadas para fines médicos y farmacéuticos, en productos cosméticos, alimentos, en agricultura, industria química, industrias de materiales de construcción, biotecnología, fotografía, electrónica y en el tratamiento de aguas residuales. [24,25]

Entre los beneficios que presenta la tecnología de encapsulación se destacan [4]:

- Protección de la materia activa de la oxidación, calor, acidez, alcalinidad, humedad, evaporación, etc., y con ello aumentar su vida útil.
- Conversión de un componente líquido a un sistema sólido seco.
- Garantizar la separación de componentes incompatibles.
- Enmascarar el olor, sabor y color.
- Mejorar el manejo de un ingrediente antes del procesamiento.
- Disminuir toxicidad en la manipulación.
- Difusión controlada de componentes activos a través de la membrana.
- Cambio de peso o volumen.
- Marketing, estética del producto.

1.1.3.1. CONCEPTO DE MICROCÁPSULA

Las microcápsulas son pequeñísimas partículas cuyo tamaño oscila entre 1 a 100 μm , están compuestas por dos fases: membrana o fase externa y núcleo o fase

interna (figura 1.1.). El tamaño de las membranas oscila entre 0,5-150 μm de finura. La fase externa es de naturaleza polimérica y envuelve y protege a la materia activa en su interior. [26,27]

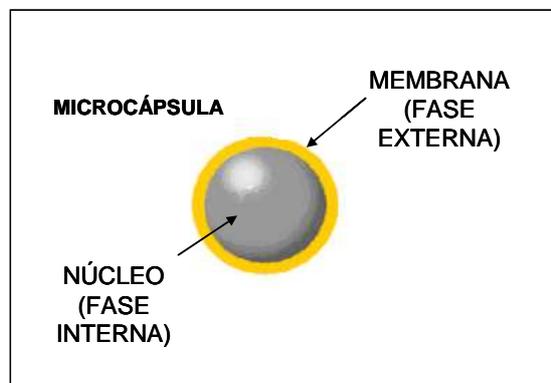


Fig.1.1. Representación esquemática, estructura de una microcápsula

Las materias activas a encapsular pueden ser líquidos hidrófobos, soluciones acuosas, sólidos, emulsiones, dispersiones y gases [6]; y como posibles recubrimientos se encuentran: polímeros naturales (polisacáridos, proteínas, etc.), polímeros sintéticos (poliamidas, poliésteres, poliuretanos, resinas urea o melamina-formaldehído, poliestireno, poliacrilatos, etc.), polímeros semisintéticos (chitosan, derivados de celulosa, etc.), lípidos (ceras, fosfolípidos), materiales inorgánicos (dióxido de silicio), etc.

Las microcápsulas son un medio de transporte y protección de materias activas. La encapsulación es utilizada para la protección de fragancias u otros agentes activos de la oxidación causada por el calor, la luz, humedad, etc., y la exposición a otras sustancias durante su tiempo de vida. La liberación de esta materia activa, dependerá de las características de las paredes de la cápsula, ésta se puede realizar por estímulos físicos por ejemplo por presión, fricción, provocando la rotura de las membranas; por estímulo térmico, aumento de temperatura por difusión a través de la pared; o por estímulos químicos, disolución de la membrana, pH y biodegradación. [26]

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. Los tres estados de la materia, sólido, líquido y gas, pueden ser encapsulados. Cuando es un sólido su forma es irregular, pero si es un líquido, la cápsula generalmente 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. En la *figura 1.2.* se observan algunas de las formas que pueden presentar las microcápsulas.

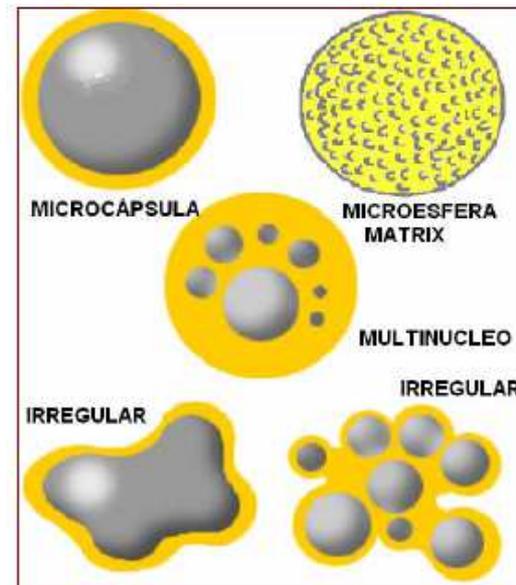


Fig.1.2. Formas de las microcápsulas^[27]

La *figura 1.3.* muestra dos imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido (SEM) de dos productos comerciales microencapsulados de distinta naturaleza, la primera corresponde a un producto microencapsulado cuya materia activa es un aroma, y la segunda son microcápsulas de cambio de fase (PCM's), puede observarse en ambas micrografías como dentro de un mismo producto comercial existe una elevada distribución de tamaños de partículas.

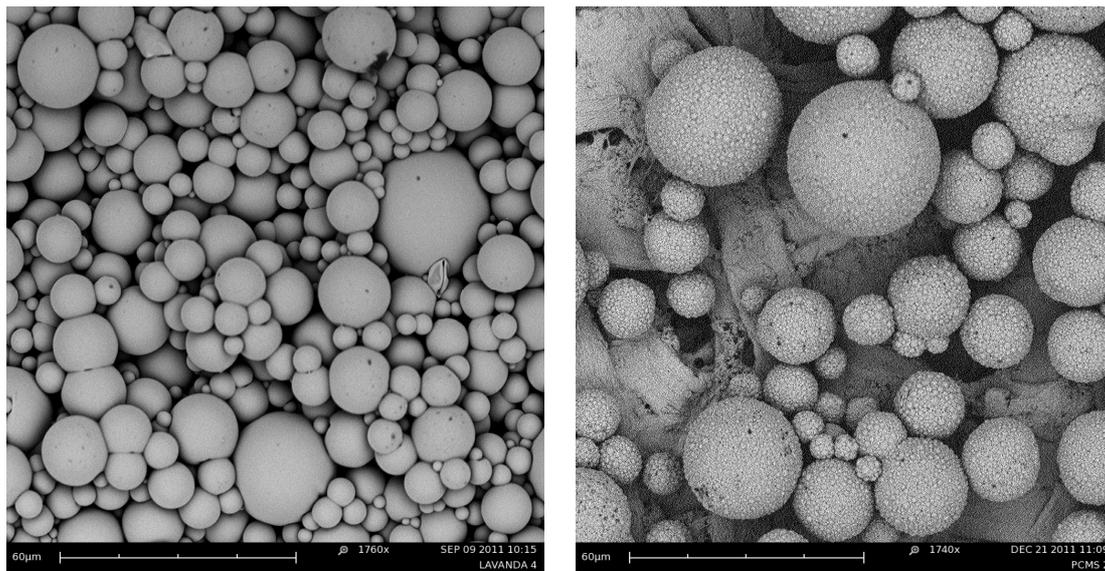


Fig.1.3. Micrografías SEM, microcápsulas de distinta naturaleza

1.1.3.2. MECANISMOS DE LIBERACIÓN

El objeto de la microencapsulación se define generalmente por la permeabilidad. Las microcápsulas con membranas impermeables se emplean en los productos donde se requiere el aislamiento de las materias activas, seguido de una liberación rápida en condiciones definidas. Los efectos obtenidos con microcápsulas impermeables son: separación de componentes reactivos, protección de sustancias sensibles a los efectos del medioambiente, reducción de la volatilidad de sustancias altamente volátiles, reducción de la toxicidad, sabor y olor, etc. [24]. Por otro lado, las microcápsulas con paredes permeables, permiten la liberación paulatina de componentes activos en el medio ambiente, como perfumes, desodorantes, repelentes, fármacos de liberación prolongada, etc. Ejemplos más recientes son la encapsulación de fertilizantes y pesticidas con liberación limitada para reducir la lixiviación en aguas subterráneas, o la encapsulación de catalizadores y enzimas para procesos químicos y biotecnológicos [24].

Entre los mecanismos de liberación se destaca el que primero se desarrolló [24] y que todavía se sigue utilizando, el mecanismo de presión externa, que consiste en la rotura de la pared de la microcápsula con el consiguiente desprendimiento del principio

activo. Ejemplos de este mecanismo están presentes en [26]: desodorantes y fungicidas para los zapatos, adhesivos multicomponentes, papeles autocopiantes, aromas de las gomas de mascar, etc. En bebidas instantáneas, las microcápsulas se disuelven en agua. La disolución en un valor de pH seleccionado es útil para catalizadores y productos farmacéuticos encapsulados.

Fármacos, vitaminas, minerales, aminoácidos esenciales, ácidos grasos, etc., pueden ser liberados en el tracto gastro-intestinal por la degradación enzimática de microcápsulas digeribles.

La materia activa también puede ser liberada por abrasión de la pared de la microcápsula, por ejemplo, antiestáticos y fragancias en textiles (abrasión en lavadoras y secadoras). En muchas aplicaciones la materia del núcleo se libera por calor: indicadores de temperatura de los alimentos congelados, adhesivos sensibles al calor, suavizantes textiles y fragancias en formulaciones para las secadoras, componentes cosméticos que se liberan a la temperatura corporal, etc., se basan en la difusión de la materia activa a través de la membrana.

Los microencapsulados retardantes al fuego actúan por liberación del principio activo causado por la quema de la membrana. Este tipo de microcápsulas se emplean en papel de recubrimiento de paredes, cortinas, ropa de protección contra incendios, plásticos, recubrimientos para dispositivos eléctricos y cables, etc.

Otro ejemplo son las emulsiones fotográficas, papeles sensibles a la luz, tóneres de fotocopiadoras, etc., que son descompuestos o endurecidos por la luz.

Si la pared de la microcápsula es permeable, el material del núcleo puede liberarse lentamente, este mecanismo puede aplicarse en productos farmacéuticos, aromas, fragancias, insecticidas y fertilizantes. En el caso de la encapsulación de enzimas en biotecnología [24], los componentes de mayor peso molecular son retenidos en las microcápsulas, mientras que los subproductos de bajo peso molecular y los residuos del sustrato, son extraídos a través de la membrana semipermeable de las microcápsulas.

Los materiales de cambio de fase para la acumulación y liberación de calor en los textiles, zapatos, aislamiento de edificios, etc., deben permanecer en funcionamiento durante varios ciclos de transición de fase; tienen que estar encapsulados dentro de una membrana impermeable y cierto grado de resistencia mecánica de la microcápsula para asegurar la vida útil del producto.

1.1.3.3. TÉCNICAS DE MICROENCAPSULACIÓN

Muchas y muy variadas son las técnicas de obtención de microcápsulas. La selección de la técnica, el material de la membrana y el principio activo a encapsular, dependerán de la aplicación final del producto, considerando su estabilidad química y física, concentración, tamaño y forma de partícula deseada, mecanismo de liberación, propiedades químicas de las membranas, su degradabilidad, biocompatibilidad y permeabilidad, y los costes de producción. [24, 26]

Una clasificación de los procesos de obtención de microcápsulas atendiendo a la naturaleza del proceso [6,23,24,28], sería la siguiente:

1. **Procesos Físicos o Mecánicos**, como métodos por goteo (dropping), extrusión, pulverizado y secado (spray drying), secado por enfriado (spray chilling-cooling), lecho fluidizado, recubrimiento, etc.
2. **Procesos Físico-Químicos**, como coacervación simple o compleja, atrapamiento por liposomas, gelificación iónica, etc.
3. **Procesos Químicos**, polimerización interfacial, polimerización in-situ, polimerización radicalaria, inclusión molecular en ciclodextrinas, métodos sol-gel, etc.

Los procesos físicos están basados en sistemas muy técnicos de combinación de materias, de forma que se fuerza al material de recubrimiento a formar un depósito sobre el material del núcleo, algunos tienen su inicio en la formación de una emulsión por agitación.

Los procesos físico-químicos y algunos procesos químicos, están basados en las interacciones de las macromoléculas y polímeros que constituyen las membranas y también utilizan de partida una emulsión.

Muchos procesos de obtención de microcápsulas son discontinuos, lo que se obtiene son lotes o partidas de microcápsulas que deben mantener las propiedades constantes. En el análisis de las microcápsulas, se estudian sus tamaños y distribución de tamaños, las propiedades de la superficie, porcentaje de carga de materia activa, y según el tipo de microcápsula se debe contemplar también la forma y velocidad de liberación del principio activo. [27]

Salvo algunas de las técnicas de microencapsulación de las materias sólidas y de los procesos físicos, muchos procesos están basados en la formación de una emulsión (coloide o estado coloidal en el que dos líquidos no miscibles se mezclan íntimamente de forma que las moléculas de una fase están rodeadas por las moléculas de la otra), hasta el extremo que algunas clasificaciones sólo atienden a este tipo de proceso. Algunos de los procesos y técnicas con origen en las emulsiones son: evaporación-extracción, coacervación, lecho fluidizado, spray drying, etc., [6,23,24,27,28].

Los tipos de emulsión utilizados en la preparación de microcápsulas son: agua/aceite, agua/aceite/agua, aceite/aceite, (denominación inglesa o/w, w/o/w, o/o) [29-34], interpretando el concepto de aceite o lípido como la fase orgánica. Una vez obtenida la emulsión, se aplican diferentes sistemas para estabilizar, y separar microcápsulas. Normalmente se sigue alguna de las siguientes técnicas: evaporación total del disolvente (a presión atmosférica, vacío, por calor, por frío, etc.), seguido de filtración, lavado, centrifugación y secado. En muchos casos deben su nombre a las técnicas de esta segunda fase, donde se separan [27,30].

Las principales variables de las emulsiones para obtener microcápsulas son: disolvente orgánico, emulsificante, materia activa, temperatura de evaporación del disolvente, relación de volúmenes, estructura y peso molecular del polímero, velocidad de agitación, etc., [27]. Los disolventes más empleados: agua, acetona, acetato de etilo, diclorometano, cloroformo, acetonitrilo, ciclohexano, ciclooctano, etc., [27]; los

polímeros más usados, goma arábiga, agar, alginatos, almidón y derivados, dextrinas, carboximetil-celulosa, metil, etil, nitro, acetil-celulosa, poliésteres, melamina-formol y otros derivados, poliéter, etc., [6,29,35].

1.2. MICROENCAPSULADOS APLICADOS A TEXTILES

Los productos microencapsulados nacieron con el papel de calco sin carbón, papel autocopiante [21,22] y han llegado a convertirse en un producto indispensable en el campo farmacéutico [6,12,36-53]. En otras áreas tales como productos cosméticos [5-8,54-57], industria alimentaria [31,30,58-70], insecticidas [63,71-73], adhesivos [74,75], medicina [42,56], etc., se consideran como aditivos potenciales para mejorar las propiedades del producto. La principal ventaja del empleo de microcápsulas es que se pueden añadir nuevas funciones y propiedades a los productos. Un ejemplo a destacar son los textiles con funciones de aromaterapia, gracias a la incorporación de microcápsulas que contienen como materia activa fragancias o perfumes, a los tejidos o fibras que los constituyen.

Los principales sectores industriales que emplean y/o introducen microcápsulas en sus productos son: papel, medicina, farmacia, cosmética, alimentación, construcción y materiales, agroquímica e insecticidas, textil, etc.

La aplicación de microencapsulados en el sector textil no está tan extendida como en otros campos, como pueden ser las industrias farmacéuticas, agroalimentarias y cosméticas.

La industria textil ha tardado más que los sectores industriales ya indicados, en reaccionar ante las posibilidades de la técnica de microencapsulación, aunque al principio de 1990 existían algunas aplicaciones industriales, los posibles nuevos productos se encontraban en fase de investigación y desarrollo [76]. El paso de los años ha permitido que el número de aplicaciones industriales de microencapsulados vaya aumentando y en la actualidad continúe creciendo, particularmente en Europa Occidental, Japón y América del Norte [77]. Muchos productos que hace unas décadas eran considerados como “ciencia ficción”, tales como camisetas con protección ultravioleta,

uniformes militares con propiedades insecticidas, tejidos aromáticos [4], asientos de vehículo con termorregulación, etc., se encuentran hoy en día disponibles en muchos mercados [76].

Las primeras aplicaciones en la industria textil fueron los colorantes dispersos microencapsulados, como forma de presentación del colorante en polvo [78], aunque la aplicación que en este momento es la más popular o conocida es la de los Materiales de Cambio de Fase (PCM's). 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 [76,78] 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 (*figura 1.4.*, imagen de fibras que incorporan microcápsulas).

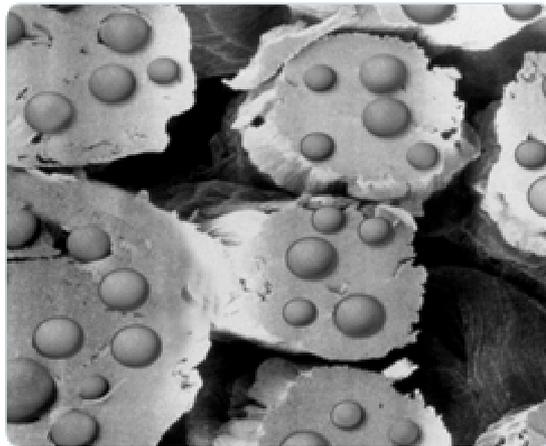


Fig.1.4. Imagen fibra acrílica Outlast® [79]

Los microencapsulados son una forma no muy explotada de obtener acabados textiles [78], 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 transporte, aplicación, o frente a agentes externos, la materia activa que constituye el acabado.

El objetivo de incluir materias activas como acabados funcionales a los textiles, se consigue con el desarrollo de microcápsulas [72,80-82], la membrana tiene como finalidad preservar estas materias activas del exterior, y que se produzca una liberación controlada o gradual cuando interese.

Mediante el empleo de la microencapsulación se pretende dotar a los textiles de nuevas propiedades y con ello de un mayor valor añadido, ofreciendo productos exclusivos y diferenciadores, ampliando su campo de aplicación. La aplicación de las microcápsulas a los textiles, constituye un sistema de incorporación de acabados sobre los tejidos, y comienza a ser un proceso conocido. Se están comercializando prendas de vestir que llevan incorporados perfumes, cremas hidratantes, anticelulíticos, repelentes de mosquitos, prendas con protección de rayos UV, indicadores de cambio de temperatura mediante el cambio de color, etc. También se comercializan detergentes y suavizantes que las incorporan.

Los microencapsulados para aplicaciones textiles no necesitan membranas solubles [83] salvo excepciones, ya que los principios activos de los núcleos de las microcápsulas generalmente 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.

La no solubilidad de la membrana 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. [27]

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's), pigmentos termocrómicos o cristales líquidos donde la membrana actúa como simple envoltorio protector. Los PCM's consisten en parafinas y n-alcanos (hidrocarburos

saturados de 17-20 átomos de carbono) microencapsulados [78], 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, sin que aparentemente se forme un líquido sobre o en la fibra. Actúan más como reguladores térmicos que como aislantes. 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 [27,76,84,85]. Dado que no interesa que se rompan, se incorporan en el interior de la fibra y no superficialmente.

En el campo textil, se están encapsulando una amplia variedad de materias activas, tal y como se ha comentado anteriormente, destacándose: repelentes de insectos [21,73,76,78,86] aplicables a cortinas, tapicerías, indumentaria, etc.; antibacterias, antiácaros, [21,42,87] especial para cortinas, toldos, moquetas o alfombras; otros curiosos como la patente para aplicar de un retardante del vello sobre las medias de señora [78], productos anticelulíticos sobre medias [88] o diferentes tipos de indumentaria [6], microcápsulas con hidratantes y reafirmantes de la piel [21,72,78,80], productos de origen cosmético [6,89] que cumplen su función cuando se incorporan a las prendas textiles.

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 [75-77,81,90], 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 [76,81].

También se han mostrado muy útiles las microcápsulas con productos ignífugos [91-93], 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 microencapsulados también está presente en textiles utilizados en aplicaciones médicas [76,77,94,95], como materias activas se están empleando antibióticos [96], agentes antimicrobianos [54,87,96,97], hormonas y otros fármacos [87,96]. La encapsulación de vitaminas, como la vitamina E (antioxidante), protectores solares, autobronceadores, etc., [6,76], también se encuentra a la orden del día, todo ello, marcado por los peligros que conlleva la exposición prolongada al sol, las tendencias, directrices de consumidores y mercado.

La microencapsulación permite emplear como materias activas fragancias y perfumes [76-78,80,81,98] aplicables a cualquier tipo de tejido para crear ambientes o para dar sensaciones de frescor en confección.

1.2.1. TIPOS DE MEMBRANA

La funcionalidad de las microcápsulas depende en gran parte de la membrana empleada, la elección de un polímero concreto como membrana es función de la aplicación requerida [99].

Según su mecanismo de actuación, las membranas empleadas para la encapsulación de principios activos en el campo textil pueden clasificarse en tres grupos, tal y como se ha descrito en el *apartado 1.1.3.2.* del presente capítulo:

- **Permeables:** la membrana actúa como una pared estanca que retiene el contenido durante el tiempo necesario y lo libera en el momento oportuno.
- **Semipermeables:** permiten intercambios entre el interior y el exterior.
- **Impermeables:** la función de la membrana es la de almacenar y proteger de manera casi permanente el principio del medio exterior.

Como membranas pueden utilizarse, polímeros naturales (polisacáridos, proteínas, etc.), polímeros sintéticos (poliamidas, poliésteres, poliuretanos, resinas urea o melamina-formaldehído, poliestireno, poliácridatos, etc.), polímeros semisintéticos (chitosan, derivados de celulosa, etc.), lípidos (ceras, fosfolípidos), materiales inorgánicos (dióxido de silicio), etc. [6]

De forma general, los polímeros más utilizados para las membranas de las microcápsulas que tienen su aplicación en el campo textil son: melamina-formol [27,83,100-105], derivados de celulosa [106], en algunos casos urea [26,27,103,106-109], chitosan [44,110], poliuretanos [27,108], etc.

Para el caso de las microcápsulas de cambio de fase PCM's, pueden utilizarse polímeros naturales o sintéticos como, mezcla de goma arábiga-gelatina [111], fibroína de seda y quitosano [112], melamina-formaldehído [102,103-105, 113,114], poli (urea-formaldehído) [115] y poliestireno [116], etc.

Las microcápsulas que contienen como materia activa aromas o fragancias utilizan membranas de derivados de celulosa [106], melamina-formaldehído [100], urea-formaldehído [100], poliureas [107], poliuretano/urea [26,103,109], etc.

En todos los casos los polímeros que constituyen la membrana son resistentes a la acción de los mantenimientos (lavados), no son biodegradables y o bien no se desea liberar la materia activa, o bien sólo se libera por la rotura de la membrana.

Estas membranas, son membranas no reactivas, es decir, no presentan grupos reactivos funcionales en su estructura de forma que reaccionen y/o presenten afinidad por los sustratos textiles.

Se han desarrollado microcápsulas reactivas, microcápsulas a las que se les modifica su membrana por el anclaje (técnica *grafting*) de grupos funcionales, capaces de reaccionar con los grupos funcionales de los sustratos textiles, estableciéndose una unión química entre microcápsula-sustratos. [117]

1.2.2. PRINCIPIOS ACTIVOS

Las materias activas a encapsular pueden ser de distinta naturaleza, líquidos hidrófobos, soluciones acuosas, sólidos, emulsiones, dispersiones y gases [6]. En función de la naturaleza de esta materia activa se seleccionará la membrana que mejor proteja a la misma sin modificar su estado, y que a la vez, dependiendo de su aplicación, permita su liberación.

En el campo textil, se están encapsulando una amplia variedad de materias activas, tal y como se comentado a lo largo de los diferentes apartados del presente capítulo, destacándose: repelentes de insectos, antibacterias, antiácaros, productos de origen cosmético, farmacéutico, aromas, fragancias, retardantes del fuego, etc.

El efecto de las microcápsulas es medido usualmente por la presencia de una propiedad, como la medida del olor cuando un aroma o fragancia son encapsulados. Sin embargo, propiedades como hidratación, repelencia a los insectos, propiedades antibacterianas, etc., no pueden reconocerse sin el empleo de métodos analíticos específicos para cada propiedad.

La caracterización de tejidos impregnados con estas materias activas, ha sido llevada a cabo en diversas investigaciones [27,54,78,118-120], mediante el uso de técnicas y métodos analíticos que permiten caracterizar la funcionalización de dichos sustratos textiles.

A continuación se describen los métodos empleados para determinar distintas propiedades y funcionalidades incorporadas a los tejidos mediante el empleo de microcápsulas que contienen distintos principios activos.

1.2.2.1. MICROCÁPSULAS DE CAMBIO DE FASE (PCM's)

La encapsulación de los materiales de cambio de fase (PCM's) se ha estudiado desde 1970 [103], y en los últimos años, sus aplicaciones e investigaciones se han visto incrementadas [121]. Los materiales de cambio de fase, han sido ampliamente estudiados para ser utilizados como refrigerantes activos o bombeo, sistemas de almacenamiento de calor solar y nuclear, etc., [103] también se aplican para la fabricación de fibras termorreguladoras, tejidos, recubrimientos y espumados. En la actualidad se utilizan para prendas, principalmente como aislantes para ropa de protección, deportiva, calzado de montaña, etc., se consigue un efecto perfecto de termorregulación [27,76,84,85]; productos de decoración del hogar, se incorporan en fibras acrílicas, espumas de poliuretano, o integrados en un compuesto de revestimiento que se aplicará al tejido o espuma [119,122].

Al encapsular materiales de cambio de fase (PCM's), no se desea ni la rotura ni la liberación de la materia activa, por ello, se utilizan membranas impermeables, cuya función es la de almacenar y proteger de manera casi permanente el principio activo del medio exterior, además esta membrana debe poseer cierto grado de resistencia mecánica de forma que asegure la vida útil del principio activo.

Su actuación se basa en la gran cantidad de calor que, sin variar de temperatura, se absorbe o se cede cuando una sustancia cambia de fase, es decir, el calor latente. Así, y en función de las condiciones ambientales, las microcápsulas incorporadas al textil son capaces de absorber, almacenar y liberar el calor corporal en función de las condiciones ambientales. Por ejemplo, cuando el cuerpo siente calor, la energía que éste desprende se utiliza para aportar el calor latente necesario para que la sustancia encerrada en las microcápsulas cambie de fase sólida a líquida almacenando dicha energía. Cuando cambian las condiciones ambientales y el cuerpo siente frío, la energía previamente almacenada en las microcápsulas es liberada, pasando la misma sustancia del estado líquido al sólido, sin cambiar de temperatura proporcionando así el calor necesario para que el cuerpo no se enfríe. [2]

El factor clave para seleccionar los PCM's a incorporar en el tejido es la temperatura de cambio de fase de la sustancia encerrada en las microcápsulas. Pueden incorporarse directamente a la propia fibra en el proceso de hilatura, pero también pueden añadirse durante el acabado, teniendo en cuenta como su incorporación puede afectar a el tacto, resistencia a la abrasión, lavado, lavado en seco, etc.

Entre las diferentes técnicas instrumentales y analíticas utilizadas para caracterizar las microcápsulas de cambio de fase se destacan: microscopía electrónica de barrido (SEM) para conocer el estado de las microcápsulas, forma, etc.; contador de partículas, determina la dispersión de tamaños, radios y cantidad de partículas; espectroscopía infrarroja (FTIR) para la caracterización de las sustancias químicas que las constituyen; análisis termogravimétrico, proporciona información sobre las transformaciones que sufren debido al efecto de la temperatura y las pérdidas de masa y calorimetría diferencial de barrido (DSC), para determinar las propiedades térmicas de las sustancias químicas. [103,119,121,122]

Una vez aplicados sobre sustratos textiles, la microscopía electrónica de barrido (SEM) permite observar la superficie de los tejidos, conocer si existe o no presencia de microcápsulas, su estado, la distribución a través de las fibras del tejido, etc., y los efectos que producen en los productos microencapsulados los ensayos de uso y mantenimiento como pueden ser lavados, acción de frote y abrasión, etc.

1.2.2.2. MICROCÁPSULAS CON PROPIEDADES HIDRATANTES

La introducción de microencapsulados al sector textil ofrece la posibilidad de incrementar la funcionalidad de las estructuras textiles, permitiendo un mayor campo de aplicación en sectores como la medicina. Este sector tradicionalmente ha utilizado estructuras textiles tanto tejidas como no tejidas para la cura de pacientes, indumentaria, menaje hospitalario, etc.

Las infecciones de la piel consideradas como no graves pueden ser tratadas por hidratación y control antibacteriano. Las microcápsulas de quitosano con aloe-vera se pueden utilizar para tratar esta clase de problemas. El aloe vera es conocido por su capacidad de hidratación, pero si se deposita sobre una fibra textil no es posible mantener sus propiedades ya que se seca y evapora. Por otro lado, el quitosano presenta propiedades bactericidas [87], por lo que es susceptible de ser utilizado en el sector de la medicina y/o cosmética.

Un ejemplo en este campo es una investigación llevada a cabo por el Grupo de Investigación en la Industria TEXTIL (GIITEX) de la Universitat Politècnica de València (UPV), la investigación [54] se centró en desarrollar un producto que permitiera incrementar el nivel de hidratación de la epidermis e impidiera el crecimiento de microorganismos. Con este objetivo, los tejidos fueron tratados para posteriormente comprobar sus efectos hipoalergénicos y de hidratación en la piel.

Los tejidos se esterilizaron con el propósito de destruir la posible contaminación microbiana que hubiera presente. Se llevó a cabo mediante radiación por haces de electrones, técnica que permite una excelente penetración y rendimiento de utilización, además de inocuidad sobre el producto y ausencia de impacto ambiental.

Se realizaron ensayos posteriores para comprobar el efecto del tejido tratado. El primero consistió en determinar el grado hipoalergénico, y el segundo el efecto de hidratación en la piel. El test hipoalergénico se realizó a 55 personas y se demostró que el producto desarrollado (emulsión de microcápsulas) aplicado a los tejidos, no producía ningún problema en la piel. Los resultados demostraron que el producto incorporado a los tejidos era hipoalergénico.

La hidratación de la epidermis se evaluó con métodos de capacitancia. Este test se realizó en dos partes para cada individuo, una para el test específico y otra para el placebo. La hidratación epidérmica fue determinada como la diferencia entre la hidratación en la zona tratada con respecto a la cubierta por el placebo. El aumento de la hidratación de la piel se produjo por el aloe que contenían las microcápsulas; éstas se rompen y el aloe desaparece del tejido entrando en contacto con la piel del usuario. Las microfotografías obtenidas por SEM, permitieron observar que las microcápsulas ya no presentaban forma esférica debido a la rotura de las mismas con el consiguiente desprendimiento de la materia activa, en este caso el aloe.

Como técnicas instrumentales, la microscopía electrónica de barrido (SEM) se utilizó para comprobar la presencia y el estado de las microcápsulas en el tejido antes y después de su esterilización, para satisfacer el requisito antibacteriano (ATSM E2149-01). El análisis mediante SEM demostró que aparentemente la esterilización no había afectado a las microcápsulas. El estudio del efecto antimicrobiano y la actividad antibacteriana confirmó que las microcápsulas no habían perdido sus propiedades. El análisis microbiológico demostró la efectividad del proceso de esterilización en la reducción de la población total de hongos y bacterias aerobias. [54]

1.2.2.3. MICROCÁPSULAS REPELENTE DE INSECTOS

Los productos repelentes de insectos se suelen aplicar directamente sobre la piel y se presentan en el mercado como lociones, roll-on, spray, etc. Son efectivos durante unas horas pero muchos de estos productos pueden ser perjudiciales para los seres humanos al entrar en contacto con la piel. Por estas razones, los textiles que incorporan

propiedades repelentes a los mosquitos aumentan su atractivo. La aplicación de estos productos sobre textiles se puede realizar directamente o bien mediante la encapsulación de los mismos, siendo este último formato el que aporta un mayor número de ventajas, como la reducción del contacto con la piel, la durabilidad del efecto evitando la necesidad de aplicaciones repetidas y la persistencia al lavado. Otro aspecto a destacar es que desde el punto de vista medioambiental se minimiza el vertido de productos tóxicos ya que éstos están protegidos por la membrana, reduciendo con ello su impacto ambiental [120].

Un repelente de insecto aplicado a indumentaria retiene más su efecto que al aplicarlo sobre la piel, debido a que no hay pérdida por abrasión, por absorción de la piel, etc. Existen muchos productos químicos que pueden ser aptos para su uso como repelentes antimosquitos en textiles, pero muchos de ellos son restringidos por la Organización Mundial de la Salud, debido a los efectos que pueden causar en los seres humanos así como en el medio ambiente.

Las investigaciones realizadas [120], se han centrado en el estudio de la vida útil de microcápsulas antimosquitos sobre tejidos de algodón. Los tejidos han sido sometidos a diversos ciclos de lavado para determinar la efectividad del método, se ha utilizado la norma UNE EN ISO 6330.

La superficie de tejidos se observó mediante SEM. Esta técnica permitió conocer la presencia de microcápsulas, la distribución de las mismas en la superficie de los tejidos y los efectos que los lavados habían provocado en las microcápsulas.

La microscopía electrónica (SEM) no permite cuantificar la acción repelente de insectos, para ello se aplicó el test de repelencia siguiendo la norma STI-Norm MV-02, que permitió determinar la efectividad del método.

El test antimosquitos determinó que el método seguido para la aplicación de las microcápsulas, aplicación por impregnación, era efectivo. Los productos químicos aplicados en los tejidos reducían el número de picaduras. Al frotar los tejidos, el efecto se incrementó por la rotura de la membrana y el desprendimiento del principio activo.

Cabe destacar que el PROYECTO SCUTUM es una aplicación real de la utilización de microcápsulas repelentes de insectos en sábanas. Este proyecto se llevó a cabo entre la empresa INNOVATEC en España y el GIITEX con la colaboración de dos ONGs (Fundación Vicente Ferrer y Anchorage), de él deriva una patente [73].

1.2.2.4. MICROCÁPSULAS AROMÁTICAS

La búsqueda de acabados textiles duraderos que contengan como materias activas aromas, ha supuesto un desafío para la industria del acabado textil [98]. La forma tradicional de incorporar materias aromáticas a los textiles se realizaba mediante procesos de tintura, acabados o estampación [98], sin embargo, la duración de la fragancia era pobre, especialmente cuando el tejido se sometía a ciclos de lavado.

Añadiendo la materia aromática en el polímero de la fibra sintética durante la formación de la fibra, se puede crear una fibra que presente una buena durabilidad de la fragancia. Las limitaciones de este método son: el periodo de tiempo que transcurre desde la formación de la fibra hasta la obtención del producto final, la pérdida de propiedades de la fibra debido a la presencia de la fragancia, la pérdida de aroma durante el procesamiento textil, la dificultad de cambiar la fragancia, y la incapacidad para utilizar esta técnica sobre las fibras naturales. [98]

Ante la problemática planteada, las investigaciones se han centrado en la búsqueda de un cambio, que tiene en cuenta principalmente dos aspectos [98]. El primero es que la cantidad específica de la materia aromática que se aplique al textil debe tener buena solidez, y el segundo es que el aroma se libere de forma gradual y controlada.

La tecnología de encapsulación crea una oportunidad para el acabado versátil de fragancias [98,123], dado que el encapsulado de las mismas proporcionará un aumento en su durabilidad. Las fragancias son compuestos volátiles, por ello, su encapsulación permitirá aumentar su permanencia sobre los textiles durante largos periodos, ya que se reduce en gran medida la tasa de evaporación del aroma. Al aplicar este tipo de microcápsulas sobre textiles, dotamos a los mismos de nuevas propiedades y de mayor

versatilidad y atractivo; además el aroma presentará mayor duración que en las aplicaciones tradicionales, con ello, su ciclo de vida será mayor.

Los aromas de lavanda, rosa, cítricos o vainilla han sido encapsulados e incorporados en los tejidos, lo que ha dado lugar a satisfacer importantes necesidades psicológicas y emocionales. Esta clase de tejidos son los llamados textiles aromaterápicos [123].

Las fragancias y los perfumes en general, tienen grupos terminales tales como $-\text{OH}$, $-\text{NH}$, $-\text{C}=\text{O}$, $-\text{CHO}$ o $-\text{COOH}$. Su solubilidad parcial en agua, descrita en alguna patente [26], conduce a una gran inestabilidad en la microencapsulación por reacciones interfaciales. Estos grupos químicos rodean la pared de las microcápsulas modificando la estabilidad hidrolítica de la partícula y desestabilizando la reacción de polimerización. Además, varios de estos grupos reactivos pueden reaccionar con los monómeros durante la polimerización interfacial, conduciendo a la formación de microcápsulas que pueden modificar las propiedades de las fragancias y perfumes. Los sistemas de microencapsulación utilizando polimerización interfacial, a pesar de su versatilidad y puntos fuertes, deben ser diseñados para tener en cuenta las restricciones mencionadas anteriormente. El sistema químico puede definirse tratando de evitar o reducir al mínimo estas reacciones secundarias indeseables.

Además de la polimerización interfacial para producir microcápsulas [26,103] la polimerización in situ también es otro de los métodos empleados en la elaboración de microcápsulas que contienen como materias activas fragancias [81,83].

Existen varias patentes [26,124,125] donde la coacervación es utilizada para la encapsulación de fragancias y perfumes, sin embargo, las estructuras poliméricas utilizadas tienen baja masa molecular y las microcápsulas resultantes tienen baja resistencia mecánica.

Otro método para proteger las fragancias es el empleo de ciclodextrinas. Las ciclodextrinas son la mejor garantía de seguridad en relación con el cuerpo humano, debido a que la β -ciclodextrina no produce ninguna irritación de la piel, sensibilización cutánea y ningún efecto mutagénico [123,126]. Las ciclodextrinas son oligosacáridos no

reductores cíclicamente vinculados producidos por ciertos microorganismos de almidón cultivado, que son capaces de formar compuestos de inclusión con moléculas que encajan en su cavidad hidrófoba en forma de cono [123]. Como resultado de la inclusión, las propiedades físico-químicas de los compuestos cambian, por ejemplo: la presión de vapor de la sustancia volátil se reduce, y la estabilidad a la luz o el aire se mejora. Por otro lado, el olor nocivo y/o desagradable puede ser eliminado empleando este tipo de sustancias [123,125].

La mayoría de los productos comerciales de microencapsulados de fragancias disponibles para aplicaciones textiles se basan en sistemas de formaldehído (fenol-formaldehído o melamina-resinas de formaldehído). Éstos se enfrentan a una serie de restricciones en las actuales políticas ambientales. En este contexto, los sistemas de poliuretano-urea aparecen como soluciones más respetuosas con el medioambiente. [26]

La liberación del aroma una vez encapsulado, se producirá bien por difusión a través de la pared o por la rotura de la membrana [81]. Cuando el tamaño de las microcápsulas es mayor, más principio se libera y más fácil es detectarlo para el ser humano [103].

Para evaluar la durabilidad de las microcápsulas aromáticas aplicadas sobre los tejidos cuando éstos se someten a diversas condiciones y ensayos se pueden realizar muchos tratamientos normalizados, se destacan: ensayos de lavado sucesivos (UNE-EN ISO 105 C01) [27], ensayos de frote tanto en seco como en húmedo (UNE-EN ISO 105 X12) [27], y ensayos de planchado a distintas temperaturas recomendadas por la Norma UNE-EN ISO 3758 [27,127].

La microscopía electrónica de barrido se utiliza para observar la superficie de los tejidos, esta técnica tal y como se ha comentado anteriormente permite conocer si existe o no presencia de microcápsulas, su estado, la distribución a través de las fibras del tejido, y los efectos que producen en los productos microencapsulados los ensayos de uso y mantenimiento anteriormente citados.

La espectroscopía infrarroja por transformada de fourier (FTIR), permite identificar los grupos funcionales presentes en los productos. Esta técnica se ha

utilizado como un método objetivo para cuantificar la presencia de microcápsulas en la superficie de los tejidos [118]. Los espectros de IR obtenidos, permitieron determinar la presencia de microcápsulas, la cual fue corroborada junto con la microscopía electrónica de barrido (SEM).

El análisis térmico se basa en la medición de algunas propiedades físicas de la materia en función de la temperatura. Los textiles impregnados con microcápsulas aromáticas, tal y como se ha comentado anteriormente, se someten a distintos tratamientos tales como lavado, secado y planchado, todos ellos implican el empleo de temperaturas que pueden afectar a la estabilidad de los productos microencapsulados. Además, cabe destacar que es necesario el empleo de temperaturas adecuadas para polimerizar la resina y que éstas no afecten a las microcápsulas depositadas sobre los tejidos. Se han llevado a cabo investigaciones [127] para determinar la influencia térmica en productos comerciales microencapsulados que contienen como materias activas aromas. Los estudios se basaron en el empleo de la calorimetría diferencial de barrido (DSC) y el análisis termogravimétrico (TGA). Los resultados permitieron determinar el comportamiento térmico de los productos así como establecer temperaturas de trabajo [127].

1.3. MÉTODOS DE APLICACIÓN DE MICROCÁPSULAS

Los sistemas de tratamiento en húmedo de textiles se clasifican en tres grupos: sistemas por impregnación, sistemas por agotamiento y sistemas especiales (pulverizado, espumado, transfer, etc.).

Los procesos de acabado de textiles son tratamientos químicos o mecánicos cuyo objeto es mejorar alguna de las propiedades de los textiles. En la mayoría de los procesos químico-textiles se emplea el agua como medio de transporte de los productos químicos al entrar en contacto con la materia textil. La forma en que se transfiere el producto químico desde la disolución a la fibra depende del tipo de contacto entre ambos, materia y baño.

Se pueden utilizar sistemas por agotamiento en los que la materia y el baño permanecen en contacto un tiempo más o menos largo. Durante este tiempo el producto químico va pasando de la disolución a la fibra por efecto de la afinidad (atracción que ejerce la fibra sobre el producto químico). Son procesos discontinuos que utilizan relaciones de baño largas, entre la maquinaria utilizada se destaca: autoclaves, jigger, torniquetes, jets, etc.

En otros sistemas la materia textil absorbe la disolución mediante una rápida impregnación. En este caso, no existe transferencia de producto químico propiamente dicha, sino que la materia al absorber la disolución absorbe también el producto disuelto en ella, quedando el reactivo depositado mecánicamente sobre la superficie de las fibras. Los sistemas por impregnación se basan en la deposición mecánica del baño de productos, son procesos semicontinuos y continuos que utilizan relaciones de baño cortas, se distinguen dos tipos de procesos: el fulardado y el contacto indirecto.

Respecto a los sistemas especiales, se caracterizan por utilizar relaciones de baño muy cortas con el consiguiente ahorro en el consumo de agua y energía, se destaca la maquinaria empleada para el pulverizado, espumado y transfer.

En el campo textil, concretamente en la aplicación de productos microencapsulados en tejidos, hasta el momento se han utilizado membranas no reactivas. Como resultado de esta estabilidad química, ninguna reacción química se puede producir entre microcápsula y fibra. Por lo tanto, es necesario determinar qué métodos permiten que las microcápsulas permanezcan sobre el tejido durante el mayor tiempo posible.

Las microcápsulas pueden aplicarse sobre textiles mediante: impregnación [26,81,97,98,103,117,128,129], agotamiento [27,81,97,117], pulverizado [81,130], recubrimiento [81,131], estampación [81,132], etc. o mediante la incorporación directa en la fibra sin modificar su tacto ni color [103,133,134]. De todos ellos el más extendido es el procedimiento de aplicación por impregnación seguido del agotamiento, sin embargo, las casas comerciales de productos sugieren algunas recetas dependiendo

del procedimiento de aplicación. Las variables y parámetros que constituyen dichos procedimientos han sido objeto de estudio e investigación [27,129].

1.3.1. APLICACIÓN POR IMPREGNACIÓN

En los sistemas de tratamiento en húmedo de textiles por impregnación, la materia textil absorbe la disolución mediante una rápida impregnación, en este caso, no existe transferencia de producto químico propiamente dicha, sino que la materia textil al absorber la disolución absorbe también el producto disuelto en ella, quedando el reactivo depositado mecánicamente en la superficie de las fibras, posteriormente se realiza un fase de fijación o reacción habitualmente por activación térmica.

Dentro de los sistemas de impregnación se distinguen dos tipos de procesos: fulardado y contacto indirecto.

1.3.1.1. PROCESOS POR FULARDADO

En los procesos por impregnación mediante fulard (máquina de impregnación y exprimido), la materia textil en forma de tejido, pasa de forma continua por una cubeta que contiene el baño, para el caso que nos ocupa el baño de productos que contiene las microcápsulas, y se impregna con la disolución de tratamiento, a la salida de la cubeta pasa por unos cilindros exprimidores que dejan en el tejido un porcentaje determinado de disolución.

Los cilindros exprimidores son los encargados de presionar el tejido a la salida de la cubeta y dejarlo con un contenido de humedad perfectamente definido. Éstos pueden ser horizontales, verticales o inclinados. Su característica más importante es que deben proporcionar un exprimido uniforme en todo el ancho del tejido. Según los casos se utilizan fulards de dos, tres o cuatro cilindros, aunque los de dos son los más habituales. La cantidad de disolución retenida por el textil a la salida de los cilindros se expresa en forma de porcentaje de impregnación (% pick-up).

A la salida del fulard, el tejido pasa sin interrupción (de forma continua) a la fase de fijado. Según los casos, entre el fulard y la fijación, puede realizarse un secado intermedio, que tiene como misión dejar al tejido con un contenido de humedad determinado. Los diferentes procesos se clasifican según el sistema de fijado empleado, puesto que la impregnación y exprimido, siempre se realiza en fulard. Los más utilizados son:

- **PAD-BATCH** (fulardado y reposo en frío): este sistema de fijado consiste en enrollar el tejido impregnado y dejarlo en reposo a temperatura ambiente durante tiempos largos (12, 24, 36 horas).
- **PAD-THERM** (Termosol o fulardado-termofijado): El fijado se realiza mediante calor seco, generalmente por aire caliente a temperaturas que varían entre 120-220°C, en función de la fibra y colorante empleados. El tiempo de fijado oscila entre 5 - 30 minutos.
- **PAD-STEAM** (fulardado-vaporizado): El fijado se realiza mediante calor húmedo, con vapor de agua a temperaturas entre 100-140°C, con tiempos de 2-20 minutos.

La fase de fijado suele efectuarse mediante activación energética en forma de calor, dando tiempo suficiente para que los productos presentes en el baño penetren en el interior de las fibras y se fijen a éstas. La temperatura necesaria se alcanza mediante la aplicación de calor seco, generalmente con aire caliente en secaderos o por aplicación de calor húmedo con vapor de agua en un vaporizador.

El proceso de fulardado se realiza habitualmente para tejidos al ancho, aunque se están desarrollando procesos de aplicación de microcápsulas mediante impregnación en el proceso de hilatura, tanto de fibras cortas como de fibras largas [134].

Para el posterior secado y fijado del sustrato, se ha de tener en cuenta las temperaturas a emplear y el tiempo de permanencia de las materias textiles en la maquinaria utilizada para tal fin.

Descrito el proceso de fulardado, las principales variables del proceso que se han de tener en cuenta son las siguientes:

- Características del tejido a emplear
- Velocidad del fulard
- Presión ejercida entre cilindros
- Número de pasos por el fulard
- Cantidad de baño transportado por los cilindros
- Cantidad de producto depositado sobre el tejido
- Volumen, composición y viscosidad del baño de productos a emplear
- Operaciones posteriores, secado y fijado

1.3.1.2. CONTACTO INDIRECTO

En los sistemas por contacto indirecto, el tejido no se sumerge en el baño de tratamiento, sino que el aporte de la disolución se realiza mediante un sistema mecánico intermedio que transporta la disolución desde la cubeta al tejido. Son sistemas de tratamiento de tejidos por una cara, en caso de requerir el tratamiento a dos caras hay que pasar el tejido por la máquina una segunda vez. Su principal ventaja es el mínimo aporte de agua a la materia.

En la maquinaria de contacto indirecto se distingue el cilindro lamedor y/o rasqueta, el tamiz rotatorio y la tela acompañadora.

El primer sistema de aplicación por contacto indirecto fue el conocido como “Cilindro lamedor y rasqueta”, en el cual el tejido sin pasar por la cubeta, pasa directamente entre dos cilindros, de los cuales el inferior está parcialmente sumergido en el baño, y debido a su movimiento arrastra a éste hasta el tejido, de forma que la impregnación se realiza por una sola cara.

El sistema de tamiz rotatorio, basado en la técnica de estampados, consiste en la utilización de plantillas (tamices cilíndricos “mil puntos”). El producto situado en el interior de la plantilla, pasa a través de la misma hasta la superficie del tejido, por medio de una rasqueta. El problema de este sistema, consiste en la baja viscosidad de los baños

a aplicar, por ello su utilización en la actualidad se limita, a parte de la estampación de tejidos, a la aplicación mediante espumas como vehículo de transporte y fundamentalmente para recubrimientos textiles.

Mediante otro sistema, el transporte de la disolución del baño se realiza por medio de una tela acompañadora que al circular a través de la pastera, absorbe una determinada cantidad de baño y lo conduce hasta el tejido, al pasar ambos entre los cilindros exprimidores.

Al igual que en la aplicación por impregnación, debe realizarse una segunda fase de fijación mediante activación térmica, dando tiempo suficiente para que los productos presentes en el baño penetren en el interior de las fibras y se fijen a éstas.

Para el sistema por contacto indirecto de forma general se tendrán en cuenta las siguientes variables:

- Características del tejido a emplear
- Velocidad de cilindros
- Presión ejercida entre cilindros
- Cantidad de baño transportado por los cilindros
- Cantidad de producto depositado sobre el tejido
- Volumen, composición y viscosidad del baño de productos a emplear
- Operaciones posteriores, secado y fijado

1.3.2. APLICACIÓN POR AGOTAMIENTO

En los sistemas de tratamiento en húmedo de textiles por agotamiento, la materia textil y el baño de productos permanecen en contacto el tiempo que dura el proceso y bajo las condiciones especificadas en la correspondiente curva de tratamiento. Durante este tiempo el producto químico va pasando del baño a la fibra por efecto de la afinidad (atracción química que ejerce la fibra sobre el producto químico presente en el baño).

A medida que transcurre el tiempo, el reactivo químico va pasando del baño a la fibra, es decir, el baño se va agotando, disminuye la concentración de producto en el baño y aumenta en la fibra, de ahí el nombre del proceso.

La maquinaria empleada en los sistemas por agotamiento se utiliza principalmente en los procesos de blanqueo y tintura, se emplean relaciones de baño largas y se requiere durante el proceso de agitación continua que se obtiene según el tipo de máquina mediante:

1. Circulación de baño a través de la materia textil que está en reposo. Son las denominadas máquinas de empaquetado, autoclaves y armarios. Materia textil en forma de: floca, peinado, hilo y tejido.
2. Movimiento del textil a través de la disolución que permanece en reposo. Se emplean para tejidos y los ejemplos más significativos son torniquetes (tejido en cuerda) y jiggers (tejidos al ancho).
3. Circulación tanto del baño como de la materia. Son las máquinas de construcción más reciente, son máquinas de propulsión denominadas genéricamente jets (puros, overflow, mixtos, etc.) Materia textil en forma de tejido en cuerda.

Todas las máquinas de los procesos por agotamiento dan lugar a procesos discontinuos o por partidas o lotes. Es decir, en los procesos de este tipo se dispone de una determinada máquina que es en definitiva un recipiente capaz de contener el baño de tratamiento y cierta cantidad de materia a procesar. Una vez terminada la operación se vacía la máquina, se saca el textil y se comienza un nuevo proceso con otro lote de materia en baño nuevo.

Las principales variables del proceso que son necesarias controlar son:

- Tipo de materia textil a tratar
- Temperatura del tratamiento
- Relación de baño
- Composición del baño de productos a emplear

- Tiempo de permanencia de la materia textil en el baño
- Operaciones posteriores, secado y fijado

A diferencia de la aplicación por impregnación en la que las muestras pasan por los cilindros exprimidores después de aplicarles el baño de productos, en la aplicación por agotamiento esto no ocurre, por lo que los tejidos necesitarán permanecer durante mayor tiempo en los secaderos para eliminar toda el agua que contienen, por lo que el tiempo de permanencia así como las temperaturas de secado y fijado han de ser consideradas. Este proceso también necesitará de una segunda fase de fijación mediante activación térmica.

En los apartados siguientes se clasifica la maquinaria empleada en los sistemas por agotamiento.

1.3.2.1. MATERIA TEXTIL ESTÁTICA Y DISOLUCIÓN EN MOVIMIENTO

Se incluyen en este apartado las máquinas que trabajan con la materia textil estática y el baño de tratamiento en movimiento. El baño impulsado por una bomba de circulación atraviesa la materia textil (empaquetado), que se encuentra en reposo, a una velocidad determinada (ciclos/minuto). Según el tipo de máquina la materia se puede procesar en distintas formas de presentación, floca, hilo, tejido, etc.

Los autoclaves son máquinas de tratamiento en húmedo por agotamiento, con circulación de baño a través de la materia textil. Los autoclaves actuales trabajan en un sistema cerrado, el cual está sometido a una presión estática igual o superior a la presión del vapor de agua correspondiente a la temperatura de tratamiento. Pueden trabajar a temperaturas superiores a los 100°C, maquinaria de tratamiento a alta temperatura (HT). Pueden trabajar con cualquier tipo de presentación de la materia textil, según esté en forma de floca, mecha, hilo o tejido, se elige un portamaterias diferente. Los portamaterias son plataformas o cestas perforadas que se acoplan perfectamente al fondo del autoclave donde se encuentra la conexión con la tubería de circulación del baño.

Para el tratamiento de tejidos lo habitual es utilizar autoclaves horizontales, colocando el tejido enrollado al ancho en plegadores perforados.

Los armarios de madejas se utilizan para hilados en forma de madejas, según el tipo de construcción distinguimos entre armario con carga frontal de la materia y máquinas de compartimentos con carga superior.

1.3.2.2. MATERIA TEXTIL EN MOVIMIENTO Y DISOLUCIÓN ESTÁTICA

Los torniquetes son máquinas de tintura por agotamiento que trabajan con tejido en cuerda. En él la materia se encuentra en movimiento y el baño estático. Trabajan a presión atmosférica, por lo que se puede alcanzar únicamente temperatura del baño de hasta 100°C. Existen también torniquetes que pueden trabajar a presión, para lo cual se encuentran instalados en el interior de un autoclave.

El jigger es la máquina que se emplea para el tratamiento en húmedo por agotamiento de tejidos al ancho. Consta fundamentalmente de una cubeta trapezoidal y de dos cilindros superiores en los que alternativamente se enrolla y desenrolla el tejido tras su paso por la cubeta.

1.3.2.3. MATERIA TEXTIL Y DISOLUCIÓN EN MOVIMIENTO

Los jets son máquinas para el tratamiento en húmedo de tejidos en cuerda que trabajan por agotamiento y con circulación simultánea en equicorriente del tejido y el baño. Entre sus características se destacan: se utilizan para tejido en cuerda y pueden trabajar a presión (temperatura hasta 140°C).

En los jets el movimiento del tejido se consigue por la propia circulación de la disolución que es impulsada por la bomba de circulación hasta un punto de la máquina que provoca una gran corriente de baño y arrastra consigo al tejido. En algunos casos una devanadera ayuda al transporte del género. Su ventaja con respecto a los torniquetes es que debido al movimiento simultáneo, el intercambio de materia entre baño y tejido es mucho mayor, con lo que se pueden acortar los procesos.

Podemos distinguir distintos tipos de jet desde un punto de vista hidrodinámico:

- Jet puro o de inyección directa
- Jet con rebosadero, de flujo progresivo (overflow)
- Jet de inyección indirecta, jet sumergido
- Jet mixto, overflow y jet sumergido

1.3.3. APLICACIÓN POR RECUBRIMIENTO

Por recubrimiento se entiende la aplicación, mediante una o varias pasadas, de una masa a un producto laminar textil con la ayuda de un sistema de rasqueta o de rodillos. Las capas pueden aplicarse por una sola cara o por ambas caras. A diferencia de los conocidos procedimientos por fulardado utilizados en el acabado, en los que el sustrato textil es lo más importante, en el procedimiento por recubrimiento el género textil tiene casi siempre una importancia secundaria como sustrato.

Entre las técnicas de aplicación de recubrimientos se distinguen:

- Directo
- Transferencia
- Calandrado por fusión
- Coagulación

Entre ellos, el sistema de recubrimiento directo [81,131] es el empleado para la aplicación de productos microencapsulados y se describirá en el siguiente apartado.

El recubrimiento por transferencia es el principal sistema de aplicación para conseguir los artículos denominados como “piel artificial”. Consiste en la aplicación de una o varias capas de una pasta, generalmente, de poliuretano sobre un papel antiadherente o separador, aunque también pueden emplearse otras resinas, como el policloruro de vinilo, ésteres del ácido acrílico (acrilatos) y copolímeros de butadieno. Los papeles antiadherentes pueden reproducir un sinnúmero de grabados, con diferentes grados de brillo, que pueden ir desde un satinado hasta un brillo charol.

El recubrimiento por fusión es el principal sistema de aplicación para conseguir los denominados como “entretelas fusibles”, también, se emplea en el recubrimiento y fijación de alfombras y moquetas, y para aplicación de membranas de polímeros. Consiste en la aplicación, generalmente, de una sola capa de resina termoplástica en masa sólida (polvo seco), en masa acuosa o pasta (polvo húmedo) o en masa fundida directamente sobre el soporte, que en el caso de las entretelas fusibles es, normalmente, un no tejido.

La finalidad del recubrimiento por coagulación es producir materiales recubiertos microporosos transpirables empleando poliuretanos, con los cuales pueden confeccionarse artículos para calzado, marroquinería, confección y tapicería. En un recubrimiento según el sistema de coagulación, los soportes (tejidos de calada o punto, no tejidos, etc.), se recubren con una disolución de poliuretano en dimetilformamida y, seguidamente, se conduce el material recubierto a coagular a través de agua, como producto no solvente del poliuretano. Con la eliminación de la dimetilformamida del recubrimiento aplicado, mediante el agua, la solubilidad de la capa de poliuretano disminuye rápidamente y, como consecuencia, coagula o precipita de forma desordenada, lo que provoca su estructura microporosa. Este sistema puede efectuarse por inmersión o por rasqueta, sobre una cara del soporte y, también, es posible combinar los dos sistemas.

1.3.3.1. RECUBRIMIENTO DIRECTO

El sistema directo consiste en extender la masa de recubrimiento, generalmente en formato pasta, en la superficie de los textiles mediante un dispositivo de rasqueta. Luego se seca, se enfría y se enrolla el textil. El tipo de rasqueta a emplear depende del artículo que deba ser recubierto, la capa deseada y los efectos perseguidos. La forma de las rasquetas y la anchura de las mismas, en la parte de contacto con el textil, también tiene importancia, ya que permite regular la deposición de la pasta en función de las características de la misma y del sustrato a recubrir.

El cabezal de aplicación de pastas está destinado a la aplicación de la pasta de recubrimiento sobre el sustrato textil. Estos cabezales pueden ser simples o mixtos, es decir, que combinan dos sistemas, o que tienen dos elementos iguales de aplicación en tandem, cada uno con su túnel de secado. Entre los tipos de cabezales empleados se destacan: rasqueta al aire, rasqueta sobre tela de caucho (telera), rasqueta sobre rodillo, rodillos de aplicación y cabezal de serigrafía (unidad de estampación rotativa).

Es necesaria la preparación previa del tejido para mejorar la cobertura y extensibilidad de la pasta. Las variables que constituyen el proceso y que se han de considerar son las siguientes:

- Tensión del tejido
- Composición de las pastas
- Número de pasadas a realizar
- Tipo de rasqueta
- Espesor del recubrimiento
- Técnica a emplear
- Temperatura de secado

1.3.4. APLICACIÓN POR PULVERIZADO

La aplicación por pulverizado es considerada como un sistema especial dentro de los tratamientos de textiles. Los sistemas especiales se caracterizan por la disminución de las relaciones de baño utilizadas, con el consiguiente ahorro energético en el secado, al tener que limitar una cantidad de agua mucho menor.

La técnica de pulverizado consiste en reducir un líquido a partículas muy tenues, a manera de polvo. Estos sistemas para su aplicación en el campo textil de acabados utilizan rotores, mecanismos que proporcionan una total uniformidad del producto aplicado sobre tejidos al ancho en procesos a la continua.

El líquido de pulverizado, en el que se ha dosificado previamente el baño de productos, incide perpendicularmente sobre el tejido en forma de abanicos planos procedentes de cada rotor.

Respecto al procedimiento de pulverizado las variables susceptibles de ser controladas son:

- Volumen, composición y viscosidad del baño de productos a emplear
- Velocidad de paso del tejido
- Grado de impregnación
- pH del baño
- Temperatura y tiempo de secado-termofijado.

En la aplicación mediante pulverizado es necesario controlar y evitar en todo momento la obstrucción de los rotores, por ello, la viscosidad y el tamaño de partículas de los baños de productos son parámetros que tienen especial importancia.

El objetivo de este procedimiento de aplicación es que el producto quede distribuido de forma uniforme a lo largo de todo el sustrato textil; a diferencia de los procesos de aplicación de microcápsulas descritos anteriormente, en este proceso el producto objeto de aplicación queda depositado en la superficie del tejido.

1.4. FIJACIÓN MICROCÁPSULAS A SUSTRATOS TEXTILES

La encapsulación de las sustancias activas tales como perfumes o aromas proporciona al mismo tiempo una protección de los componentes allí encapsulados contra agresiones tales como oxidación o humedad y permite, por otra parte, un cierto control de la cinética de liberación de aroma o fragancia para inducir efectos sensoriales mediante liberación secuencial.

La no afinidad entre microcápsula y fibra no permite conseguir el anclado de las microcápsulas a los textiles, y que éstas permanezcan sobre los mismos cuando son sometidas a ensayos de uso y mantenimiento tales como lavados, secados, frote, abrasión, etc., por ello, es necesario el empleo de productos auxiliares que permitan fijar las microcápsulas a los sustratos textiles.

La fijación de las microcápsulas en los textiles se produce mediante el empleo de ligantes o agentes autorreticulantes que pueden ser de varias composiciones químicas,

los de mayor uso son las melaminas, resinas acrílicas, poliuretanos, siliconas, etc. [98]. En el empleo de estos productos, la dosis debe de ser la adecuada, ya que en caso contrario, un exceso puede producir un efecto envolvente sobre la microcápsula impidiendo que ésta pueda desprender el principio activo, este hecho se conoce como efecto iglú, que se caracteriza porque las microcápsulas presentan elevada resistencia al lavado y uso, pero dificulta la liberación de su principio activo [135]. A su vez, una dosificación escasa repercutiría en la solidez y por tanto en la durabilidad de las mismas. En la *figura 1.5.* puede observarse una microfotografía de un tejido de algodón que ha sido impregnado con un baño de microcápsulas de aroma y gran cantidad de resina acrílica como ligante, se aprecia la presencia de la misma entre las fibras de algodón.

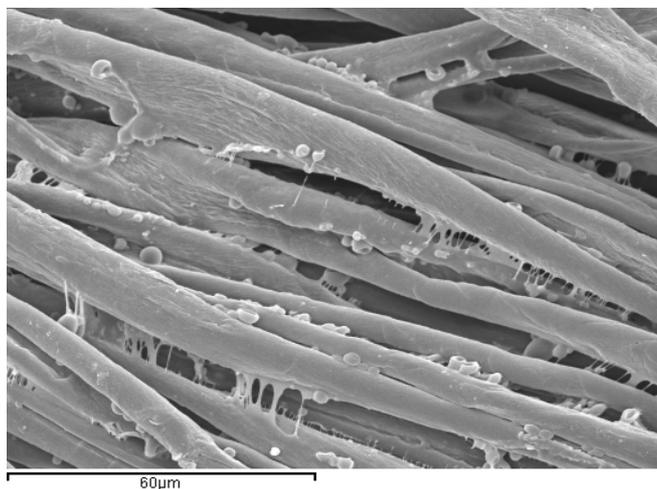


Fig.1.5. Microfotografías SEM, tejido de algodón con exceso de ligante ^[27]

Estos agentes de fijado deben someterse a un proceso de curado para poder anclar las microcápsulas a los sustratos, la fijación térmica es el método más común [98]. Durante el proceso, los sustratos se exponen a temperaturas que oscilan entre 130-170°C durante un cierto periodo de tiempo [1-10min], en el cual los componentes que constituyen el ligante se convierten en un polímero duro y forman una red sobre el sustrato para mantener las microcápsulas adheridas [98,128].

El proceso de curado térmico fija las microcápsulas en los textiles obteniéndose buenas solidez, por ejemplo al lavado es de aproximadamente 25 ciclos [128], pero

las duras condiciones pueden hacer que se volatilice la materia activa o se produzca una rotura prematura de las microcápsulas. En ambos casos, la funcionalidad y la durabilidad del tejido acabado se verían reducidas. Además de los efectos negativos mencionados, las elevadas temperaturas utilizadas consumen grandes cantidades de energía, los cambios físicos y propiedades mecánicas pueden afectar al tacto, a la apariencia del tejido, y provocar problemas medioambientales y volatilizar el principio activo [127].

Recientes investigaciones [127], han demostrado que se puede trabajar a temperaturas inferiores a 120°C empleando microcápsulas que contienen como materias activas fragancias; a temperaturas superiores a este valor, las microcápsulas se deshinchán perdiendo el principio activo que contienen en su interior, por lo que no aportarán ninguna propiedad al sustrato. Alrededor de 300°C la membrana polimérica de estas microcápsulas se degrada [127].

El curado por radiación ultravioleta (UV) es una alternativa al empleo de procesos térmicos [128]. El proceso de curado UV consiste en aplicar una resina curable por UV, que contiene oligómeros, monómeros y fotoiniciadores, con microcápsulas funcionales sobre el tejido. El tejido se expone entonces a la luz UV durante unos segundos para polimerizar los componentes de la resina en una película continua que puede fijar firmemente las microcápsulas. Las ventajas del curado UV incluyen un proceso rápido a baja temperatura, ahorro de energía, reducción de la contaminación y una alta productividad. Este proceso se aplica en muchos subprocesos del sector textil como pueden ser: reducción del pilling, reducción de la resistencia de la lana, estampación, etc. [128].

1.5. BIBLIOGRAFÍA

- 1-1. Ministerio de Medio Ambiente, *Documento de síntesis de Mejores Técnicas Disponibles en España del Sector Textil* (Madrid, 2004).
- 1-2. Sánchez Martín J.R., *Los tejidos inteligentes y el desarrollo tecnológico de la industria textil*. Revista Técnica Industrial, 268, 39-45, (2007).
- 1-3. Centro Tecnológico Asintec, *Proyecto e-wearable: Aplicaciones de la electrónica y su implantación en los procesos productivos tradicionales del sector textil/confección*. 7-105, (2010).
- 1-4. Chakrabarti R., Metha B., *Lead the world with- smart finishes*. Chemical business, special focus on flavours and fragantes, 58-60, (2008).
- 1-5. Vladimir P. T., *Recent advances with liposomes as pharmaceutical carriers*. Nature Reviews Drug Discovery, 4, 145-160, (2005).
- 1-6. Asensio J.A., *Soluciones industriales de micro y nanoencapsulación para medicina y farmacia, cosmética, detergencia, alimentación, agroquímica, textil, pinturas*. Jornadas del Parc Tecnològic del Vallés, Barcelona, (Abril 2010).
- 1-7. Gelabert Y.E., Díaz R., *Nuevas alternativas de inmovilización de activos antioxidantes*. Revista cubana de investigaciones biomédicas, 20(1), 70-73, (2001).
- 1-8. Eccleston G.M., *Function of mixed emulsifiers and emulsifying waxes in dermatological lotions and creams*, *Colloids and Surfaces*. Physicochemical and Engineering Aspects, 123-124, 169-212, (1997).
- 1-9. Loftsson T., Duchêne D., *Cyclodextrins and their pharmaceutical applications*. International Journal of Pharmaceutics, 329, 1–11, (2007).

- 1-10.** Martínez G., Gómez M. A., *Ciclodextrinas: complejos de inclusión con polímeros*. Revista Iberoamericana de Polímeros, 8(4), 300-312, (2007).
- 1-11.** Hernández M.A., *Ciclodextrinas. Propiedades y usos en farmacia*. Revista Salud Pública y Nutrición, Edición Especial, 11, (2006).
- 1-12.** Szejtli J., *Past, present, and future of cyclodextrin research*. Pure and Applied Chemistry, 76 (10), 1825–1845, (2004).
- 1-13.** Schmannan H., Schollmeyer E., *Applications of cyclodextrins in cosmetic products: A review*. Journal of Cosmetic Science, 185-191, 53, (2002).
- 1-14.** Maza A., Parra J.L., Manich A.M., Coderch L., *Utilización de liposomas como carriers de colorantes dispersos de tipo azoico en la tintura de la lana*. Revista de la Industria Textil, 330,178-189, (1995).
- 1-15.** Maza A., Parra J.L., Manich A.M., Coderch L., *Vehiculación de colorantes antraquinónicos en la tintura de la lana mediante liposomas formados por mezclas de lipídicas*. Revista de la Industria Textil, 338, 28-39, (1996).
- 1-16.** Maza A., Parra J.L., Manich A.M., Coderch L., *Liposomas en el teñido de la lana*. Revista de la Industria Textil, 319, 34-46, (1994).
- 1-17.** Maza A., Manich A.M., Coderch L., Serra S., Parra J.L., *Aplicación de liposomas multilamelares incluyendo colesterol como carriers de colorantes de complejo metálico*. Revista de la Industria Textil, 355, 42-54, (1998).
- 1-18.** Coderch L., Manich A.M., Martí M., Serra S., Parra J.L., *Aplicación industrial de liposomas en la tintura de lana con un colorante del tipo complejo metálico 1:2. Optimización del proceso*. Revista de la Industria Textil, 344, 79-88, (1999).
- 1-19.** Maza A., Coderch L., Manich A.M., Martí M., Serra S., Parra J.L., *Optimización del proceso de tintura de la lana para un colorante del tipo*

- complejo metálico 1:2 por medio de liposomas industriales*. Revista de la Industria Textil, 367, 52-64, (1999).
- 1-20.** Chao-Xia W., Shui-lin C., *Anchoring β – cyclodextrin to retain fragrances on cotton by means of heterobifunctional reactive dyes*. Coloration technology, 120, 14-21, (2004).
- 1-21.** Ponsa L., Salva J., *Microencapsulados en textil hogar y confección*. Revista de Química Textil, 185, 18-21, (2007).
- 1-22.** Zhang Z., Saunders R., Thomas C.R., *Mechanical strength of single microcapsules determined by a novel micromanipulation technique*. Journal of microencapsulation, 16 (1), 117-124, (1999).
- 1-23.** Yáñez J., Salazar J.A., Chaires L., Jiménez J., Márquez M., Ramos E.G., *Aplicaciones biotecnológicas de la microencapsulación*. Avance y Perspectiva, 21, 313-319, (2002).
- 1-24.** Boh B., Sumiga B., *Microencapsulation technology and its applications in building construction materials*. RMZ- Materials and Geoenvironment, 55 (3), 329-344, (2008).
- 1-25.** Poncelet D., Boh B., *Microcapsules deliver*. Chemistry and industry, 2, 23-25, (2008).
- 1-26.** Rodrigues S.N., Fernandes I., Martins I.M., Mata Vera G., Barreiro F., Rodrigues A.E., *Microencapsulation of limonene for textile application*. Industrial & engineering chemistry research, 47, 4142-4147, (2008).
- 1-27.** Monllor P., Tesis Doctoral, *Caracterización de microencapsulados aplicados sobre materias textiles*. Editorial UPV, Alcoy, (Marzo 2007).
- 1-28.** Ghosh, S. K., *Functional Coatings and Microencapsulation: A General Perspective*, in *Functional Coatings: by Polymer Microencapsulation* (ed S. K.

Ghosh), Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, FRG. doi: 10.1002/3527608478.ch1,(2006).

- 1-29.** Ramos D., Gómez M., Fernández D., *Métodos de obtención de microesferas biodegradables*. Revista Cubana de Farmacia, 35 (2), 126-135, (2001).
- 1-30.** Gouin S., *Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends*. Trend in Food Science & Technology, 15 (7-8), 330-347, (2004).
- 1-31.** Heinzelmann K., Franke K., *Using freezing and drying techniques of emulsions for the microencapsulation of fish oil to improve oxidation stability*. Colloid and Surfaces B: Biointerfaces 12 (3), 223-229, (1999).
- 1-32.** Roscaa L.D., Watari F., Uo M., *Microparticle formaion and its mechanism in single and double emulsion solvent evaporation*. Journal of Controlled Release 99, 271-280, (2004).
- 1-33.** Berkland C., Polllauf E., Pack D.W., Kim K., *Uniform double-walled polymer microspheres of controllable shell thickness*, Journal of Controlled Released 96, 101-111 (2004).
- 1-34.** Freitas S., Merkle H.P., Gander B., *Microencapsulation by solvent extraction/evaporation: reviewing the state of the art of microsphere preparation process technology*. Journal of Controlled Release 102, 313-332 (2005).
- 1-35.** Lee J. E., Kim K.O., Kwon I. C., Ahn J., Lee S., Cho H., Kim H.J., Seong S.C., Lee M. C., *Effects of the controlled-released TGF- β 1 from chitosan microspheres on chondrocytes cultured in a collagen/chitosan/glycosaminoglycan scaffold*. Biomaterials 26, 630-6313, (2005).
- 1-36.** Stolnik S., *Long circulating microparticulate drug carriers*. Advanced Drug Delivery Reviews, 65, 45-49, (1995).

- 1-37. Majeti N., Ravi Kumar V., *Nano and microspheres as controlled drug delivery devices*. Journal of pharmacy & pharmaceutical sciences, 3 (2), 234-58, (2002).
- 1-38. Orive G., Hernandez R.M., Gascón A.R., *Cell Encapsulation: Promise and Progress*. Nature Medicine, 9 (1), 104-107, (2003).
- 1-39. Brannon-Peppas L., *Polymers in controlled drug delivery*. Medical Plastic and Biomaterials, 4, 34-45, (1997).
- 1-40. Kirkpatrick C.J., Krump-Konvalinkova V., Unger R.E., Bittinger F., Otto M., Peters K., *Tissue response and biomaterial integration: the efficacy of in vitro methods*. Biomolecular Engineering, 19, 211-217, (2002).
- 1-41. Magnin D., Lefebvre J., Chornet E., Dimitriu S., *Physicochemical and structural characterization of a polyionic matrix of interest in biotechnology, in the pharmaceutical and biomedical fields*. Carbohydrate Polymers, 55, 437-453, (2004).
- 1-42. Muzzarelli C., Stanic V., Gobbi L., Tosi G., Muzzarelli R.A.A., *Spray-drying of solutions containing chitosan together with polyuroans and characterisation of the microspheres*. Carbohydrate Polymers, 57, 73-82, (2004).
- 1-43. Hatefi A., Amsden B., *Biodegradable injectable in situ forming drug delivery systems*. Journal of Controlled Release, 80, 9-28, (2002).
- 1-44. 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), 745-751, (1996).
- 1-45. Doublier J.L., Garnier C., Renard D., Sanchez C., *Protein Polysaccharide interactions*. Current Opinion in Colloid & Interface Science, 5, 61-70, (2000).

- 1-46.** Manosroi A., Podjanasoonthon K., Manosroi J., *Development of novel topical tranexamic acid liposome formulations*. International Journal of Pharmaceutics, 235, 61-70, (2002).
- 1-47.** 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, 459-464, (2004).
- 1-48.** Sziinyi S., Watzke H.J., Cambon A., *Highly fluorinated surfactants in liposome technology*. Thin Solid Films, 284-285, 769-771, (1996).
- 1-49.** Tsung M.J., Burgess, D.J., *Preparation and characterization of gelatine surface modified PLGA Microspheres*, The AAPS Journal , 3 (2), 14-24,(2001).
- 1-50.** Park T.G., *Degradation of poly (lactic-co-glycolic acid) microspheres: effect of copolymer composition*. Biomaterials, 16, 1123-1130, (1995).
- 1-51.** Müller M., Vörös J., Csuscs G., Walter E., Danuser G., Textor M., Spencer N.D., *Surface modification of PLGA Microspheres*. Journal of Biomedical Materials Research Part A, 66A (1), 55-61, (2003).
- 1-52.** Laurienzo, P., Malinconico M., Motta A., Vicinanza, A., *Synthesis and characterization of a novel alginate-poly (ethylene glycol) graft copolymer*. Carbohydrate Polymers, 62, 274-282, (2005).
- 1-53.** Hans M., Shimoni K. Danino D., Siegel S.J., Lowman A., *Synthesis and Characterization of mPEG-PLA Prod rug Micelles*. Biomacromolecules, 6 (5), 2708-2717, (2005).
- 1-54.** Gisbert J., Ibañez F., Bonet M., Monllor P., Diaz P., & Montava I., *Increasing hydration of the epidermis by microcapsules in sterilized products*. Journal of Applied Polymer Science, 113 (4), 2282-2286, (2009).

- 1-55.** Kapuniask J., & Tomasik P., *Lipid microencapsulation in starch*. Journal of microencapsulation, 23, 341-348, (2006).
- 1-56.** Schatzman D., *Microencapsulated flavours*. Nutritional outlook, (September 2002).
- 1-57.** Berger J., Reist M., Mayer J.M., Felt O., Peppas N.A., Gurny R., *Structure interactions in covalently and ionically cross-linked chitosan hydrogels for biomedical applications*. European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics, 57, 19–34, (2004).
- 1-58.** Wegmuller R., Zimmermann M.B., Buhr V.G., Windhab E.J., & Hurrell R.E., *Development, stability and sensory testing of microcapsules containing iron, iodine, and vitamin A for use in food fortification*. Journal of food science, 71, 181-187, (2006).
- 1-59.** Wibovo S., Velazquez G., Savant V., Torres J.A., *Surimi was water treatment for protein recovery: effect of chitosan-alginate complex concentration and treatment time on protein adsorption*. Bioresource Technology, 96 (6), 665-671, (2005).
- 1-60.** Downham A., Collins P., *Colouring our foods in the last and next millennium*. International Journal of Food Science and Technology, 35, 5-22, (2000).
- 1-61.** Dewettinck K., Huyghebaert A., *Fluidized bed coating in food technology*. Trends in food science & technology, 10 (4-5), 163-168, (1999).
- 1-62.** Wen-tao Q., Wei-ting Y., Yu-bing X., Xiaojun M., *Optimization of Saccharomyces cerevisiae culture in alginate-chitosan-alginate microcapsules*. Biochemical engineering journal, 25 (2), 151-157, (2005).
- 1-63.** De Roos K.B., *Effect of the texture and microstructure flavour retention and release*. International dairy journal, 13 (8), 349-355, (2003).

- 1-64.** Jeon Y., Vasnathan 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, 349-355, (2003).
- 1-65.** 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, 95-102, (2005).
- 1-66.** 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, 231-237, (2005).
- 1-67.** Shaikh J., Bhosale R., Singhal R., *Microencapsulation of black pepper oleoresin*. Food Chemistry, 94, 105-110, (2005).
- 1-68.** Bhandari B., D'Arcy B., Young G., *Flavour retention during high temperature short time extrusion cooking process: a review*. International Journal of Food Science and Technology, 36, 453-461, (2001).
- 1-69.** Fulger C.V., *Flavor Encapsulation*. US Patent 5,601,865. (1997).
- 1-70.** Popplewell L.M., Black J.M., Norris, L.M., Porzio, M., *Encapsulation system for flavors and colors*. Food Technology, 49 (5), 5, (1995).
- 1-71.** Boh B., Kornhasuer A., *Reducing the toxicity of pesticides*. Critical reviews in analytical chemistry, 33 (4), 281-284, (2003).
- 1-72.** Nelson G., *Microencapsulates in textile finishing*. Review of Progress in Coloration and Related, 31, 57-64, (2001).
- 1-73.** Gisbert J., Bonet M., Riobo P.M., Monllor P., *Insect Repellent Textile*, US 2010/0183690 A1, (2010).

- 1-74.** Giroud F., Pernot J.M., Brun H., & Pouyet B., *Optimization of microencapsulation of acrylic adhesives*. Journal of microencapsulation, 12, 389-400, (1995).
- 1-75.** Aitken D., Burkinshaw S.M., Griffiths J., Towns A.D., *Textile applications of thennochromic systems*. Review of Progress in Coloration and Related Topics, 26 (1), 1-8, (1996).
- 1-76.** Šiler-Marinković S., Bezbradica D., Škundrić P., *Microencapsulation in the textile industry*, Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly / CICEQ, 12 (1), 58-62, (2006)
- 1-77.** Shah Jafari M.H., Parvinzadeh M., Najafi F., *Preparation of fragrant microcapsules and coating on textiles*. Nanotechnology and its applications: First Sharjah International Conference on Nanotechnology and Its Applications. AIP Conference Proceedings, 929, 224-227, (2007).
- 1-78.** Monllor P., Bonet M.A., Pey J., Cases F., *Degradación de microencapsulados aplicados a textiles*. Revista de Química Textil, 183, 42-57, (2007).
- 1-79.** Outlast, *Aplicaciones en fibras*. Consulta 4 de Julio de 2012, www.outlast.com/es/aplicaciones/fibra/
- 1-80.** Nelson G., *Microencapsulates in textile coloration and finishing*. Review of Progress in Coloration and Related Topics, 21 (1), 72-85, (1991).
- 1-81.** Nelson G., *Application of Microencapsulation in textiles*. International Journal of Pharmaceutics, 242, 55-62, (2002).
- 1-82.** Castellarnau J., Briera J., *La nanotecnología. Nueva fuente de innovación en el textile*. Rev. Industria Textil, 402, 30-38, (2002).

- 1-83.** Hong K., Park S., *Melamine resin microcapsules containing fragrant oil: synthesis and characterization*. Materials Chemistry and Physics, 58, 128-131, (1999).
- 1-84.** Gacén J., *Fibras de prestaciones específicas*. Boletín Intexter (U.P.C), 119, 60-65, (2001).
- 1-85.** ATEVAL (Asociación de Empresarios Textiles de la Comunidad Valenciana), *Diversificatex*. Consulta día 25 de Junio de 2012, <http://diversificatex.com>
- 1-86.** Hirech K., Payan S., Carnelle G., Brujes L., Legrand J., *Microencapsulation of an insecticide by interfacial polymerisation*. Powder Technology, 130 (1-3), 324-330, (2003).
- 1-87.** Öktem T., *Surface treatment of cotton fabrics with chitosan*. Coloration Technology, 119 (4), 241-246, (2003).
- 1-88.** B.G.T. INT., S.A., *Tejido microencapsulado y procedimiento para su fabricación*. Patente ES 2 198 221 A1. (2004).
- 1-89.** McGalliard J. D., *Nylon hose treated with microencapsulated hair dissolving solutions*. US Patent 4,152,784. (1979).
- 1-90.** Sawada K., Urakawa H., *Preparation of photosensitive color-producing microcapsules utilizing in situ polymerization method*. Dyes and pigments, 65, 45-49, (2005).
- 1-91.** Girauda S., Bourbigota, S., Rocherya M., Vromana I., Tighzertb L., Delobelc R., *Microencapsulation of phosphate: application to flame retarded coated cotton*. Polymer Degradation and Stability, 77 (2), 285-297, (2002).
- 1-92.** Girauda S., Bourbigota, S., Rocherya M., Vromana I., Tighzertb L., Delobelc R., Poutchd F., *Flame retarded polyurea with microencapsulated ammonium*

- phosphate for textile coating*. Polymer Degradation and Stability, 88 (1), 106-113, 2005.
- 1-93.** Qiang W., Jianping L., Baojun Q., *Preparation and characterization of microcapsulated red phosphorus and its flame-retardant mechanism in halogen-free flame retardant polyolefins*. Polymer International, 52 (8), 1326-1331, (2003).
- 1-94.** Réa M.I., Biscansb B., *Preparation of microspheres of ketoprofen with acrylic polymers by a quasi-emulsion solvent diffusion method*. Powder Technology, 101 (2), 120-133, (1999).
- 1-95.** Vasiliu S., Popac M., Rinaudoa M., *Polyelectrolyte capsules made of two biocompatible natural polymers*. European Polymer Journal, 41 (5), 923-932, (2005).
- 1-96.** Gniotek K., *Odour measurements in textile industry*. Fibres & Textiles in Eastern Europe, 11 (1), 40, 53-58, (2003).
- 1-97.** Anita S., Ramachandran T., Rajendran R., Koushik CV., and Mahalakshmi M., *A study of the antimicrobial property of encapsulated copper oxide nanoparticles on cotton fabric*. Textile Research Journal, 81 (10) 1081–1088, (2011).
- 1-98.** Li S., Lewis J.E., Stewart N. M., Qian L. & Boyter H., *Effect of finishing methods on washing durability of microencapsulated aroma finishing*. Journal of the Textile Institute, 99 (2), 177-183, (2008).
- 1-99.** Gutiérrez M. C., López-Grimau V., Crespi M. Valleperas J., *Cuantificación del principio activo en microcápsulas sobre tejidos*. Revista de Química e Industria Textil, 201, 40-45, (2011).
- 1-100.** Kukovic M., Knez E., *Process for preparing carriers saturated or coated with microencapsulated scents*. WO 96/09114, (1996).

- 1-101.** Kleban M., Weisser J., Koch F., Schwaiger W., *Leather finished with scent containing microcapsules*. U.S. Patent 2002/0198392 A1, (2002).
- 1-102.** Xing J., Li Y., Newton E., *Method for encapsulating phase transitional paraffin compounds using melamine-formaldehyde and microcapsule resulting therefrom*. WO 04/058390 A1, (2004).
- 1-103.** Zhang H., Wang X., *Fabrication and performances of microencapsulated phase change materials based on n-octadecano core and resorcinol-modified melamine-formaldehyde shell*. Colloids and surface A: Physicochemical and engineering aspects, 332, 129-138, (2009).
- 1-104.** Choi K., Cho G., Kim P., Cho C., *Thermal storage/release and mechanical properties of phase change materials on polyester fabrics*. Textile Research Journal, 74 (4), 292-296, (2004).
- 1-105.** Salaün F., Devaux E., Bourbigot S., Rumeau P., *Development of phase change materials in clothing. Part I. Formulation of microencapsulated phase change*, Textile Research Journal, 80 (3), 195-205, (2010).
- 1-106.** Whitaker D.M., *Stabilized perfume containing microcapsules and method of preparing same*. U.S. Patent 5,051,305 (1991).
- 1-107.** Schöcker P., Widmaier R., Müller B., Wulff D., Gernert P., Korb H., *Microcapsule dispersions*. WO 06/048166 A1, (2006).
- 1-108.** Ouali L., Benczedi D., *Polyurethane and polyurea microcapsules*. WO 2007/004166 A1, (2007).
- 1-109.** Rodrigues S.N., Martins I.M., Fernandes I.P., Gomes P.B., Mata V.G., Barreiro M.F., Rodrigues A.E., *Scenfashion®: Microencapsulated perfumes for textile application*. Chemical Engineering Journal, 149 (1-3), 463-472, (2009).

- 1-110.** Alonso D., Gimeno M., Sepúlveda-Sánchez J. D., Shirai K., *Chitosan-based microcapsules containing grapefruit seed extract grafted onto cellulose fibers by a non-toxic procedure*. Carbohydrate Research, 345, 854-859, (2010).
- 1-111.** Önder E., Sarier N., Cimen E., *Encapsulation of phase change materials by complex coacervation to improve thermal performance of woven fabrics*. Thermochimica Acta, 467, 63-72, (2008).
- 1-112.** Deveci S.S., Basal G., *Preparation of PCM microcapsules by complex coacervation of silk fibroin and chitosan*, Colloid Polymer Science, 287 (12), 1455-1467, (2009).
- 1-113.** Salaün F., Devaux E, Bourbigot S., Rumeau P., *Thermoregulating response of cotton fabric containing microencapsulated phase change materials*. Thermochimica Acta, 506, 82-93, (2010).
- 1-114.** Shin Y., Yoo D.-I., Son K., *Development of thermoregulating textile materials with microencapsulated phase change materials (PCM). II. Preparation and application of PCM microcapsules*. Journal Applied Polymer Science, 96, 2005-2010, (2005).
- 1-115.** Sarier N., Önder E, *The manufacture of microencapsulated phase change materials suitable for the design of thermally enhanced fabrics*. Thermochimica Acta, 452, 149-160, (2007).
- 1-116.** Sánchez P., Fernandez M.V.S., Romero A., Rodríguez J.F., Silva L.S., *Development of thermo-regulating textiles using paraffin wax microcapsules*. Thermochimica Acta, 498, 16-21, (2010).
- 1-117.** Frere, Y., Danicher, L. Merji, M. *Capsules with a modified surface for grafting onto fibres*. WIPO Patent Application WO/2007/096513, (2007).

- 1-118.** Monllor P., Bonet M., Cases F., *Characterization of the behavior of flavour microcapsules in cotton fabrics*. European Polymer Journal, 43, 2481-2490, (2007).
- 1-119.** Hittle D.C., Andre T.L., *A new test instrument and procedure for evaluation of fabrics containing phase-change material*. ASHRAE Transactions, 4509, 175-182, (2002).
- 1-120.** Bou E., Monllor P., Bonet M., Gisbert J., Díaz P., *Tejidos con microcápsulas antimosquitos*. Revista de Química Textil, 197, 29-34, (2010).
- 1-121.** Zhang X., Fan Y., Tao X., Yick K., *Fabrication and properties of microcapsules and nanocapsules containing n-octadecane*. Materials Chemistry and Physics, 88 (2-3), 300-307, (2004).
- 1-122.** Kim J., Cho G., *Thermal Storage/Release, Durability, and Temperature Sensing Properties of Thermostatic Fabrics Treated with Octadecane-Containing Microcapsules*. Textile Research Journal, 72 (12), 1093-1098, (2002).
- 1-123.** Wang C. X., Chen Sh. L., *Aromachology and its Application in the Textile Field*. FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe, 13 (6), 41-44, (2005).
- 1-124.** Soper J.C., *Method of encapsulating flavours and fragrances by controlled water transport into microcapsules*. U.S. Patent 6,106,875. (2000).
- 1-125.** Whitaker D.M., *Stabilized perfume-containing microcapsules and method for preparing the same*. U.S. Patent 5,051,305. (1991).
- 1-126.** Buschmanna H.J., Dentera U., Knittela D., & E. Schollmeyera, *The Use of Cyclodextrins in Textile Processes — An Overview*. Journal of the Textile Institute, 89 (3), 554-561, (1998).

- 1-127.** Monllor P., Sánchez L., Cases F., & Bonet M., *Thermal behavior of microencapsulated fragrances on cotton fabrics*. Textile Research Journal, 79 (4), 365-380, (2009).
- 1-128.** Li S., Boyter H., Qian L., *UV curing for encapsulated aroma finish on cotton*. Journal of the Textile Institute, 96 (6), 407-411, (2005).
- 1-129.** Alay S., Alkanb C., Gödec F., *Synthesis and characterization of poly (methyl methacrylate)/n-hexadecane microcapsules using different cross-linkers and their application to some fabrics*. Thermochemica Acta 518, 1-8, (2011).
- 1-130.** Goetzendorf-Grabowska B., Królikowska H., M. Gadzinowski., *Polymer Microspheres as Carriers of Antibacterial Properties of Textiles: A Preliminary Study*. FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe, 12 (4), 62-64, (2004).
- 1-131.** Miró M.M., Escobar G., Marino P., Puggia C., Defain M.V., Hermida L., *Aroma Finishing of Cotton Fabrics by Means of Microencapsulation Techniques*. Journal of Industrial Textiles, 40, 13-32, (2010).
- 1-132.** Ocepek B., Boh B., Šumiga B., Tavčer P. F., *Printing of antimicrobial microcapsules on textiles*. Coloration Technology, 128 (2), 95-102, (2012).
- 1-133.** Boh B., Knez E., and Staresinic M., *Microencapsulation of higher hydrocarbon phase change materials by in situ polymerization*. Journal of Microencapsulation, 22 (7), 715-735, (2005).
- 1-134.** Marsal F, Palet D., *Nuevo método para la aplicación de las microcápsulas en hilatura*. Revista de Química e Industria Textil, 207, 24-30, (2012).
- 1-135.** Colomera A., *Microencapsulación para aplicaciones textiles*, Boletín Económico del ICE, 2768, 91-96, (2003).

2. HIPÓTESIS DE PARTIDA Y OBJETIVOS

2.1. HIPÓTESIS DE PARTIDA

Los productos comerciales microencapsulados que existen en el mercado están compuestos por membranas no reactivas, no existen comercialmente microcápsulas con membranas reactivas. Las microcápsulas que se suministran presentan diversidad de tamaños y de principios activos, generalmente se aplican por impregnación, aplicación que ha sido estudiada en tejidos de calada.

Las hipótesis de partida que derivan de investigaciones previas y que constituyen el punto de inicio de la presente investigación son las que a continuación se describen:

1. Dada la naturaleza del proceso de aplicación por agotamiento, esta aplicación no parece ser una solución, aunque las casas comerciales de productos la recomienden, pero también existen otros procedimientos de aplicación de microcápsulas sobre sustratos textiles como el recubrimiento y el pulverizado.
2. El sistema de aplicación por impregnación es apto para tejidos de calada y punto, pero qué ocurre cuando se trata de artículos de pelo, donde deberían aplicarse, preferencialmente en una cara del tejido o sería conveniente aplicar en el envés.
3. No todos los procesos de aplicación de microcápsulas son igual de efectivos, el tejido (con o sin pelo) y la aplicación final definirán el proceso.
4. La presencia de ligante en las formulaciones de los baños es necesaria debido a la inexistencia de afinidad entre las fibras que constituyen los tejidos y productos microencapsulados (compuestos por membranas no reactivas). Su naturaleza también debe considerarse en las investigaciones y en los tratamientos térmicos a aplicar.
5. La volatilidad de los aromas u otros principios activos es una premisa a considerar en la aplicación de tratamientos térmicos.
6. Los ensayos de uso y mantenimiento a los que son sometidos los textiles a lo largo de su vida útil afectan a la estabilidad de los productos microencapsulados.

2.2. OBJETIVOS

A partir de las hipótesis de partida se plantea un objetivo general en la investigación, ofrecer a la industria un estudio sobre la aplicación y el comportamiento de las microcápsulas sobre textiles.

Para poder alcanzar el objetivo general, se deben alcanzar una serie de objetivos parciales que se detallan a continuación:

1. Caracterizar y determinar las propiedades de los productos comerciales. Estructura química de la membrana y del principio activo, porcentaje de producto activo, cantidad de microcápsulas en la suspensión y distribución de tamaños.
2. Determinar la viabilidad de cada proceso de aplicación de microcápsulas. Los procedimientos a utilizar serán: impregnación, agotamiento, recubrimiento y pulverizado.
3. Optimizar las variables de proceso: *productos de ligado* que permitirán la fijación de las microcápsulas a los tejidos, evaluando las condiciones que permiten una mejor adherencia sin disminuir o bloquear las propiedades de los principios activos; *temperatura del proceso y posterior fijado*, a fin de no afectar a la estabilidad de los productos y sustratos utilizados; *concentración de microcápsulas y productos de ligado*, para conseguir la mayor deposición de las microcápsulas sobre los sustratos textiles.
4. Estudiar la influencia de la estructura textil, parámetros como el *gramaje del tejido, hidrofilidad e hidrofobicidad de las fibras* que lo constituyen y la *sección transversal* de las mismas, pueden influir en la mayor o menor deposición de las microcápsulas.
5. Evaluar el mantenimiento y uso de los tejidos con microcápsulas. Durante el uso se produce cierta agresión a los textiles como puede ser el frote o la acción de los diversos ciclos de lavado, y éstos pueden afectar a la estabilidad y permanencia de las microcápsulas.

3. EXPERIMENTAL

3.1. DESCRIPCIÓN GENERAL

Este apartado se centra en mostrar las características de los productos químicos comerciales empleados a lo largo de la investigación, las características de los sustratos textiles utilizados, los parámetros objeto de estudio e investigación de cada uno de los procedimientos de aplicación de los productos microencapsulados, así como una descripción de cada una de las técnicas instrumentales utilizadas.

El procedimiento experimental ha sido desarrollado con el fin de optimizar la permanencia de las microcápsulas sobre tejidos. Se basa en la aplicación por distintas técnicas (impregnación, agotamiento, recubrimiento y pulverizado) de baños que contienen microcápsulas y resinas como ligantes.

Los tejidos resultantes de las aplicaciones, se han sometido a ensayos de uso y mantenimiento, con el objeto de determinar las variables que constituyen dichos procesos y optimizarlos de forma que se consiga la máxima permanencia del producto en el sustrato textil.

Algunas de las técnicas analíticas utilizadas, espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) y espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS), al no disponer del equipamiento necesario en nuestras instalaciones, se han subcontratado los análisis a los Servicios Técnicos de Investigación (SS.TT.I.) de la Universidad de Alicante. Así mismo, los ensayos de resistencia a la abrasión, han sido realizados por el Centro de Innovación Tecnológica (CTF) perteneciente al CIT de la Universidad Politécnica de Cataluña.

3.2. MATERIALES

3.2.1. PRODUCTOS COMERCIALES MICROENCAPSULADOS

Los productos comerciales microencapsulados presentan distintas cantidades de materia activa encapsulada en forma de suspensión, por lo que la caracterización previa de los mismos antes de uso se convierte en una de las fases de la investigación.

En la investigación, se han empleado productos comerciales de microcápsulas de distintos aromas como materia activa, menta y lavanda principalmente, estos productos tienen un nombre común para todos CENTERFINISH 164/02, suministrados por COLOR-CENTER (España). Se han utilizado diversos lotes de productos a lo largo de la investigación, cada partida se ha referenciado como: Lavanda 1, Lavanda 2, Lavanda 3, Lavanda 4 y Menta 3. El análisis previo del material ha sido objeto de estudio y requisito indispensable antes de iniciar cualquier aplicación.

La membrana de las microcápsulas de todos los lotes de productos utilizados es de melamina-formol según indicaciones del proveedor.

El hecho de emplear este tipo de productos microencapsulados se debe a la manifestación gradual o parcial del aroma cuando los tejidos son frotados, esto es debido a la rotura de la membrana con el consiguiente desprendimiento del principio activo. Este principio activo es apreciable por el olfato, aspecto que lo hace de fácil detección.

Las microcápsulas empleadas son principalmente productos de emulsión, presentando un aspecto viscoso y blanquecino y conservan parte de agua.

3.2.2. PRODUCTOS AUXILIARES

Las microcápsulas tienen membrana de naturaleza polimérica que se encuentra totalmente estabilizada, de lo contrario se podrían formar aglomeraciones de las microcápsulas en su formato comercial. Debido a esta estabilidad no presentan afinidad por las fibras, por ello, el empleo de ligantes es necesario para conseguir la fijación de éstas a las fibras que constituyen los tejidos. Como productos de ligado se han empleado principalmente resinas de base acrílica en dispersión acuosa, Resina Center BC (copolímero acrílico/butadieno), Resina Center STK/100 (copolímero acrílico/ estireno) y Laicril T-2115 (resina acrílica dura), productos suministrados por COLOR-CENTER (España). De la Resina Center BC se han utilizado dos lotes de productos.

En la aplicación por recubrimiento se utiliza como producto auxiliar el AXILAT A-1302-N (acetato de polivinilo), suministrado por COLOR-CENTER (España).

La determinación de la cantidad de microcápsulas que se depositan en la aplicación así como las que salen durante el lavado, se ha realizado con la ayuda de un contador de partículas. Dicho análisis se ha aplicado a los baños de productos iniciales y finales recogidos después del proceso de aplicación, así como a las aguas de lavado resultantes después de someter a los tejidos a ensayos de uso y mantenimiento. El proceso de análisis requiere de la utilización de una disolución isotónica con capacidad conductora, Diaton-CT-T-Diluent, suministrada por Akralab (España).

3.2.3. TEJIDOS

En la investigación se utilizan cuatro procedimientos de aplicación de microcápsulas. A parte de la viabilidad de cada proceso, la optimización de las variables de los mismos, la influencia de la estructura textil utilizada, así como, la evaluación al uso y mantenimiento de los tejidos después de los procesos de aplicación, también son objetivos parciales del trabajo. Para investigar todos estos parámetros y/o variables, se han empleado gran número de tejidos que son distintos en cuanto a composición, gramaje, secciones transversales, forma de obtención, etc.

A continuación se detallan cada uno de los sustratos textiles utilizados en función de la variable y/o parámetro estudiado.

3.2.3.1. OPTIMIZACIÓN CANTIDAD DE LIGANTE

La membrana de las microcápsulas no presenta afinidad por las fibras que constituyen los tejidos, por ello, el empleo de ligantes es de vital importancia para conseguir fijar estas microcápsulas a las fibras de forma que permanezcan sobre las mismas durante el mayor tiempo posible. En este estudio se han empleado los siguientes sustratos textiles:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>			<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligado</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	210	Jacquard - Raso	CALADA	Co 210
Poliéster	140	Raso	CALADA	Pes 140

Tabla 3.1. Características y referencias tejidos

Ambos tejidos han recibido un blanqueo químico a escala industrial.

3.2.3.2. COMPORTAMIENTO DEL LIGANTE DURANTE LOS CICLOS DE LAVADO

El comportamiento que presentan tanto los sustratos textiles, como los productos comerciales microencapsulados y las resinas utilizadas como ligantes frente a ensayos de uso y mantenimiento es también objeto de investigación. Para demostrar el comportamiento que presenta el ligante a lo largo de los diversos ciclos de lavado a los que se someten los sustratos textiles una vez se la ha aplicado el baño de productos, se utilizan los siguientes tejidos:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>			<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligado</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón - Poliéster	115	Tafetán	CALADA	Co - Li
Algodón - Lino	210	Jacquard - Raso	CALADA	Co - Pes

Tabla 3.2. Características y referencias tejidos

Ambos tejidos han recibido un blanqueo químico a escala industrial.

3.2.3.3. FIBRAS FÍLICAS Y FÓBICAS

La influencia de la naturaleza de las fibras que constituyen los tejidos también es un parámetro objeto de investigación, se pretende determinar la mayor o menor deposición de productos microencapsulados y su resistencia a los ensayos de uso y mantenimiento en función de la naturaleza filica y/o fóbica de las fibras utilizadas. Como sustratos en esta parte de la investigación se han utilizado:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>			<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligado</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	210	Jacquard - Raso	CALADA	Co 210
Poliéster	140	Raso	CALADA	Pes 140

Tabla 3.3. Características y referencias, tejidos utilizados

Ambos tejidos han recibido un blanqueo químico a escala industrial.

3.2.3.4. GRAMAJE DEL TEJIDO

Para estudiar la influencia del gramaje se ha recurrido a sustratos de algodón 100% de distintos gramajes, similares a los utilizados generalmente en tejidos para la confección de sábanas, mantelerías y tapicerías respectivamente, sus características son:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>			<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligado</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	115	Tafetán	CALADA	Co 115
Algodón	210	Jacquard - Raso	CALADA	Co 210
Algodón	400	Jacquard - Doble tela	CALADA	Co 400

Tabla 3.4. Características y referencias, tejidos de distintos gramajes

Los dos primeros tejidos de algodón, 115 y 210 g/m², han recibido un blanqueo químico a escala industrial, mientras que el tejido de mayor gramaje 400 g/m² es un tejido en crudo.

3.2.3.5. SECCIÓN TRANSVERSAL DE LAS FIBRAS

Otro de los parámetros objeto de estudio es, la sección transversal de las fibras que constituyen los tejidos, para ello, se han utilizado tejidos de poliéster 100% con distintas secciones transversales:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>			
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligado</i>	<i>Sección Transversal</i>	<i>Tipo</i>
Poliéster	99	Tafetán	CIRCULAR	CALADA
Poliéster	115	Tafetán	RECTANGULAR	CALADA
Poliéster	126	Raso	TETRALOBAL	CALADA
Poliéster	146	Jacquard - Raso	TRILOBAL	CALADA
Poliéster	150	Sarga	OCTOLOBAL	CALADA

Tabla 3.5. Tejidos de poliéster con distintas secciones transversales

A estos tejidos no se les realiza un blanqueo químico en pieza, sino que el proceso de tejeduría para la obtención de los mismos se realiza con hilos que previamente han recibido un proceso de tintura.

3.2.3.6. PROCESO DE TEJEDURÍA

El proceso de tejeduría utilizado para la obtención de los sustratos textiles también puede influir en la mayor o menor deposición de productos microencapsulados, para ello, se investiga esta influencia con tres tejidos de algodón 100% obtenidos por dos procesos de tejeduría distintos, calada y punto.

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>			<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligado</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	115	Tafetán	CALADA	Co 115
Algodón	180	1x1 Derecho - Derecho	PUNTO POR TRAMA	G.P.F.
Algodón	210	Jacquard - Raso	CALADA	Co 210

Tabla 3.6. Características y referencias tejidos de algodón

El tejido de punto por trama de algodón 100%, tejido en crudo, ha sido elaborado en una tricotosa rectilínea (MODELO Matsuya Corporation, Japan) de galga 12. El proceso de tejeduría se ha llevado a cabo en el laboratorio de Física Textil del Departamento de Ingeniería Textil y Papelera del Campus de Alcoy de la Universitat Politècnica de València (UPV).

Los tejidos de calada han recibido un blanqueo químico a escala industrial.

3.2.3.7. OPTIMIZACIÓN TEMPERATURA DE TRABAJO, TEMPERATURA CURADO DE LA RESINA, RELACIÓN DE BAÑO Y CONCENTRACIÓN DE PRODUCTOS

Para optimizar estos parámetros característicos de la aplicación por agotamiento, se ha utilizado un sustrato textil de algodón 100% que presenta las siguientes características:

<i>Tejido</i>	<i>Características</i>			<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligado</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	210	Jacquard - Raso	CALADA	Co 210

Tabla 3.7. Características y referencia tejido

El tejido ha recibido un blanqueo químico a escala industrial.

3.2.3.8. OPTIMIZACIÓN VARIABLES PROCESOS DE RECUBRIMIENTO Y PULVERIZADO

Para optimizar la concentración de baños de productos en las aplicaciones por recubrimiento y pulverizado, se ha utilizado un sustrato textil que presenta pelo en una de sus caras (*figura 3.1.*). La base del tejido está compuesta por poliéster 100% texturizado y es un tejido de punto liso (técnicamente derecho-revés), el pelo del artículo está formado por una mezcla de dos fibras, poliéster y clorofibra.

El tejido base se elabora en una máquina circular de género de punto, sobre esta base se inserta en la misma máquina el pelo, mecha producida previamente en una carda y compuesta por una mezcla homogénea de poliéster y clorofibra. Posteriormente el tejido pasa por un tren de pol-rotor para dar brillo y suavidad al pelo y eliminar todas aquellas fibras sueltas que no están ancladas al tejido, y por una tundosa para cortar e igualar la altura del pelo, aproximadamente 10 mm.

<i>Tejido</i>	<i>Características</i>			<i>Ref. Tejidos</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligado</i>	<i>Tipo</i>	
Poliéster (Base) Poliéster - Clorofibra (Pelo)	190	Derecho - Revés	PUNTO POR TRAMA	REC; SPR

Tabla 3.8. Características y referencia, tejido con pelo

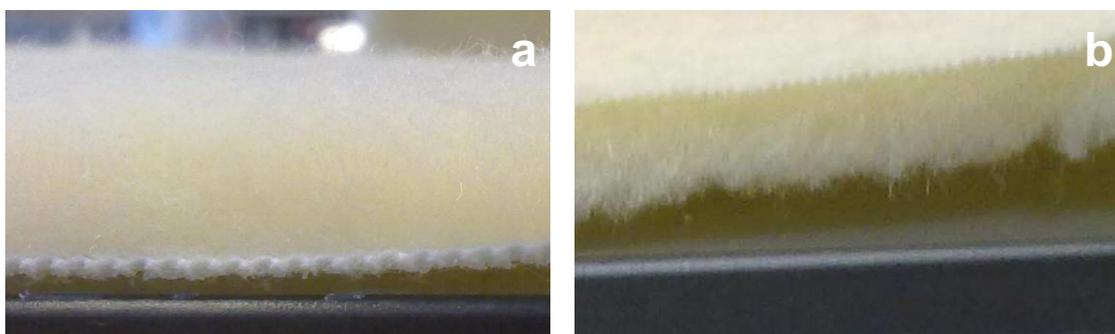


Fig.3.1. Sustrato empleado en la aplicación por recubrimiento y pulverizado, a) pelo y b) dorso

3.2.3.9. RESUMEN TEJIDOS UTILIZADOS

La *tabla 3.9.* muestra y sintetiza todos los tejidos que han sido utilizados en la investigación, así como sus características, éstos están ordenados por materias y gramajes, se les asigna un número de referencia a cada uno para su correcta identificación.

<i>Referencia</i>	<i>Tejidos</i>	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligamento</i>	<i>Tipo</i>
1	Algodón	115	Tafetán	CALADA
2	Algodón	180	1x1 (D-D)	PUNTO POR TRAMA
3	Algodón	210	Jacquard	CALADA
4	Algodón	400	Jacquard	CALADA
5	Algodón - Lino	210	Jacquard	CALADA
6	Poliéster (Circular)	99	Tafetán	CALADA
7	Poliéster (Rectangular)	115	Tafetán	CALADA
8	Poliéster (Tetralobal)	126	Raso	CALADA
9	Poliéster	140	Raso	CALADA
10	Poliéster (Trilobal)	146	Jacquard - Raso	CALADA
11	Poliéster (Octolobal)	150	Sarga	CALADA
12	Algodón-Poliéster	115	Tafetán	CALADA
13	Pelo Poliéster – Clorofibra	190	Derecho-Revés	PUNTO POR TRAMA

Tabla 3.9. Sustratos textiles utilizados en la investigación

La *figura 3.2.* muestra una imagen de algunos de los tejidos empleados en la investigación.



Fig.3.2. Imagen de algunos de los tejidos utilizados

3.3. MÉTODOS

3.3.1. CARACTERIZACIÓN PRODUCTOS COMERCIALES

Generalmente, los fabricantes de los productos no proporcionan suficiente información sobre los mismos, por ello, se han definido una serie de propiedades de los productos que van a ser determinadas mediante distintas técnicas analíticas e instrumentales, siendo:

- ***Estado de los productos:*** mediante microscopía electrónica de barrido (SEM).
- ***Dispersión de tamaños y cantidad de microcápsulas:*** mediante el contador de partículas (contador de células) que determina de forma estadística el tamaño medio y la distribución de tamaños de las partículas presentes en los productos comerciales.
- ***Composición química de la materia activa y de la membrana,*** mediante espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR).
- ***Determinación del residuo seco:*** determinar el contenido del producto puro sin agua.

3.3.2. TRATAMIENTO PREVIO DE LOS TEJIDOS

Antes de iniciar cualquier proceso de aplicación de productos en el laboratorio, los tejidos deben someterse a una serie de lavados previos a fin de eliminar posibles restos de productos auxiliares y partículas que puedan contener procedentes de los procesos de tejeduría y/o acabados. Destacar, que parte de los tejidos empleados han recibido un blanqueo químico en proceso industrial y pueden contener impurezas.

El tratamiento previo de los tejidos se aplica a las muestras destinadas a la aplicación de productos microencapsulados por agotamiento, proceso de aplicación que se detalla en el *apartado 3.4.2.*

El procedimiento sigue las directrices de los procesos de lavado realizados en la tintura de materias textiles.

Condiciones	<i>Baño Lavado I</i>	<i>Baño Lavado II</i>	<i>Baño Lavado III</i>
Temperatura (°C)	100	60	Ambiente
Detergente (g/L)	0,5	-	-
Relación baño (R_b)	1/20	-	-
Volumen Baño (L)	-	1	1
Tiempo (min)	30	10	10

Tabla 3.10. Condiciones procesos de lavado previos

3.4. MÉTODOS DE APLICACIÓN DE PRODUCTOS MICROENCAPSULADOS

En el presente apartado se detallan los procedimientos de aplicación realizados, así como las variables y parámetros que constituyen los mismos, objeto de estudio y optimización.

3.4.1. APLICACIÓN POR IMPREGNACIÓN

La aplicación de los baños de productos sobre los sustratos textiles se ha realizado mediante impregnación empleando un fulard horizontal de 40 cm (2608 TEPA) a la presión de 1,5 Kg/cm y a una velocidad de 2 m/min. Para conseguir una mayor impregnación de baño sobre el tejido, se han realizado dos pasos por el fulard. Durante el proceso se ha controlado el porcentaje de impregnación (% pick-up) por diferencia de peso. En cada aplicación se recogen muestras de los baños iniciales y finales para su posterior análisis.



Fig.3.3. Fulard horizontal empleado en la aplicación por impregnación

3.4.1.1. COMPOSICION DEL BAÑO

Estudios previos realizados por Monllor et al. [1] demostraron que 60 g/L de producto comercial de microcápsulas era la cantidad óptima a emplear en la aplicación por impregnación. La presente investigación centra una parte de su estudio en determinar la concentración de otro componente del baño de productos, la resina utilizada como ligante. Para ello, se han empleado cuatro formulaciones distintas de baños manteniendo constante la concentración del producto comercial microencapsulado en los valores ya mencionados y variando la concentración de resina. En la siguiente tabla se muestra la composición de cada uno de los baños estudiados:

<i>Ref. Baño</i>	<i>Composición (g/L)</i>	
	<i>P. Microencapsulado</i>	<i>Resina</i>
I	60	0
II	60	5
III	60	10
IV	60	15

Tabla 3.11. Composición baños de productos

Como ligante, se ha utilizado una resina de dispersión de base acrílica, Resina CENTER BC y el producto comercial microencapsulado es el CENTERFINISH164/02.

3.4.1.2. TRATAMIENTOS POSTERIORES

Tras aplicar el producto al tejido, se precisa de un tratamiento posterior de activación térmica, basado en el secado y posterior curado.

El secado se realiza a una temperatura de 60°C en una estufa de convección por aire forzado (WTC Binder 030), no se recurre a temperaturas superiores para no dañar el principio activo de las microcápsulas. Para polimerizar la resina utilizada en los baños de productos se ha empleado un secadero horizontal de infrarrojos (Screen Printing Engineering TD-20) a una temperatura de 110°C, temperatura optimizada en investigaciones previas para el principio activo utilizado [2].

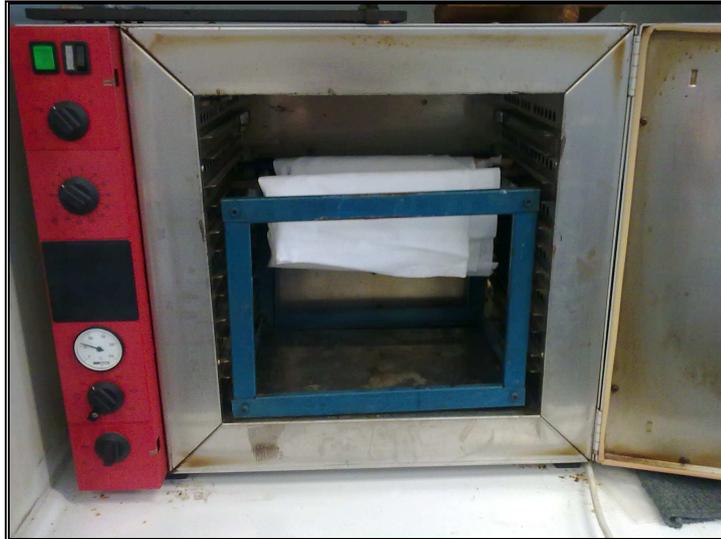


Fig.3.4. Estufa de aire forzado

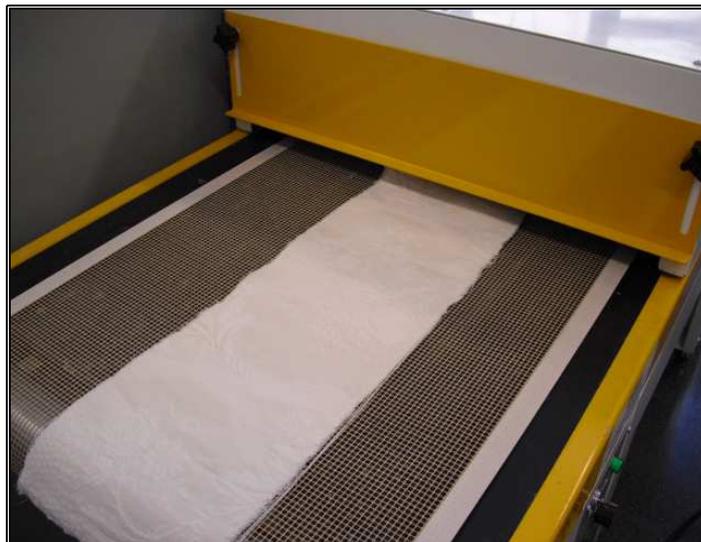


Fig.3.5. Secadero de infrarrojos horizontal

3.4.2. APLICACIÓN POR AGOTAMIENTO

En la aplicación de productos microencapsulados por agotamiento se utiliza un *DyeMASTER O - Open Bath - Lab Dyeing Machine* (Paramount Instruments), durante un tiempo de 40 minutos. En cada aplicación se recogen muestras iniciales y finales de

los baños para su posterior análisis. Las variables objeto de optimización del proceso son:

- Temperatura de trabajo (60°C y 80°C).
- Relación de Baño ($1/20$, $1/40$).



Fig.3.6. Aplicación por agotamiento

A los sustratos textiles utilizados en este proceso de aplicación, se les somete a una serie de lavados previos descritos en el *apartado 3.3.2.* del presente capítulo. Estos lavados no se realizan en el proceso de aplicación por impregnación porque el tiempo de contacto baño tejido no es tan elevado. Si el tejido desprende partículas en el fulardado no hay suficiente tiempo y/o agitación mecánica para que se desprenda una cantidad elevada de partículas.

3.4.2.1. COMPOSICIÓN DE LOS BAÑOS

En la aplicación por agotamiento se pretende optimizar las cantidades de producto comercial microencapsulado y de resina, a fin de conseguir la mayor deposición y permanencia de las microcápsulas sobre tejidos de algodón. En las *tablas*

3.12. y 3.13. se muestra la composición de los baños de productos utilizados en esta parte de la investigación.

La primera tabla (3.12.), corresponde a la composición de los baños utilizados para optimizar la temperatura de trabajo, temperatura de curado de la resina y la relación de baño.

<i>Baño</i>	<i>Prod. Microencaps. (% s.p.f.)</i>	<i>Resina (% s.p.f.)</i>	<i>Relación baño R_b</i>	<i>Temp. Aplicac. (°C)</i>	<i>Temp. Curado (°C)</i>
I	240	40	1/20	60	22, 85, 110
II	240	-	1/20	60	22, 85, 110
III	-	40	1/20	60	22, 85, 110
IV	6	1	1/20	60	22, 85, 110
V	12	2	1/20	60	22, 85, 110
VI	240	40	1/20	80	22, 85, 110
VII	240	-	1/20	80	22, 85, 110
VIII	-	40	1/20	80	22, 85, 110
IX	6	1	1/20	80	22, 85, 110
X	12	2	1/20	80	22, 85, 110
XI	240	40	1/40	60	22,85,110
XII	240	-	1/40	60	22,85,110
XIII	-	40	1/40	60	22,85,110
XIV	6	1	1/40	60	22,85,110
XV	12	2	1/40	60	22,85,110

Tabla 3.12. Composición baños de productos

Para optimizar la concentración de baños de productos se utilizan las composiciones que se muestran en la *tabla 3.13*.

<i>Baño</i>	<i>Prod. Microencaps. (% s.p.f.)</i>	<i>Resina (% s.p.f.)</i>
A	6	-
B	12	-
C	24	-
D	48	-
E	96	-
F	192	-
G	240	-
H	6	1
I	12	2
J	24	4
K	48	8
L	96	16
M	192	32
N	240	40

Tabla 3.13. Composición baños de productos

Como ligante se ha utilizado la Resina Resina CENTER STK-100 y el producto comercial microencapsulado CENTERFINISH164/02.

3.4.2.2. TRATAMIENTOS POSTERIORES

El secado se realiza a una temperatura de 60°C utilizando la misma estufa de aire forzado que en la aplicación por impregnación (*figura 3.4.*), posteriormente al igual que en la aplicación por impregnación, se utiliza un secadero por infrarrojos para el curado de la resina (*figura 3.5.*). En este proceso también se pretende optimizar una variable, temperatura de curado de la resina, siendo las temperaturas objeto de estudio: 22°C (*temperatura ambiente*), 85°C y 110°C.

3.4.3. APLICACIÓN POR RECUBRIMIENTO

El proceso tiene como objeto optimizar las cantidades de productos que compondrán la pasta de recubrimiento.

La aplicación de la pasta de recubrimiento que contiene el producto microencapsulado se realiza mediante rasqueta por el dorso del tejido (cara que no tiene pelo) en un rame. El tejido realiza dos pasadas por el rame:

- 1ª pasada: consiste en la aplicación de la pasta de recubrimiento que contiene el producto microencapsulado y posterior secado a 90°C. Se trabaja a una temperatura de 90°C, ya que a temperaturas superiores la clorofibra que compone el pelo del tejido funde.
- 2ª pasada: polimerizado de los productos a 90°C.

Cabe destacar que esta temperatura, 90°C, es totalmente compatible con la esencia o aroma utilizado y las microcápsulas, puesto que no les afecta.

3.4.3.1. COMPOSICIÓN DE LAS PASTAS DE RECUBRIMIENTO

Se aplican tres pastas de recubrimiento con las siguientes composiciones:

<i>Ref. Baño</i>	<i>Composición (g/L)</i>			
	<i>Acetato de polivinilo</i>	<i>Producto Microencapsulado</i>	<i>Resina</i>	<i>Agua</i>
I	300	10	250	440
II	300	20	250	430
III	300	30	250	420

Tabla 3.14. Composición pastas de recubrimiento

Los productos utilizados son los siguientes: acetato de polivinilo, AXILAT A-1302-N y resina acrílica, LAICRIL T-2115. El producto microencapsulado utilizado es el CENTERFINISH 164/2.

3.4.4. APLICACIÓN POR PULVERIZADO

Al igual que en la aplicación por recubrimiento, se pretende optimizar las cantidades de productos que compondrán el baño de aplicación.

La aplicación se realiza por la cara del tejido con pelo, por el dorso se le aplica simultáneamente mediante rasqueta una pasta de recubrimiento compuesta por: acetato de polivinilo, resina acrílica y agua. Este proceso es habitual en este tipo de tejidos y tiene como objeto dar consistencia al mismo, por ello, se aprovecha un proceso habitual del tejido para aplicar de forma simultánea las microcápsulas.

El proceso también se lleva a cabo en el rame mediante dos pasadas:

- 1ª pasada: aplicar el recubrimiento por el dorso del tejido mediante rasqueta, y pulverización simultánea por la cara del pelo con el baño de productos que contiene las microcápsulas, y secado posterior a 90°C. Se trabaja a una temperatura de 90°C, ya que a temperaturas superiores la clorofibra que compone el pelo del tejido funde.
- 2ª pasada: polimerizado de los productos a 90°C.

La temperatura de 90°C es totalmente compatible con la esencia o aroma utilizado y las microcápsulas, puesto que no les afecta.

3.4.4.1. COMPOSICIÓN DE LOS BAÑOS

En la aplicación por pulverizado se utilizan los siguientes baños de productos:

<i>Ref. Baño</i>	<i>Composición (g/L)</i>	
	<i>P. Microencapsulado</i>	<i>Resina</i>
I	30	20
II	60	40

Tabla 3.15. Composición baños de productos

Los productos empleados en la aplicación por pulverizado son: producto microencapsulado CENTERFINISH 164/2 y resina acrílica, LAICRIL T-2115.

Por el dorso se le aplica simultáneamente mediante rasqueta una pasta de recubrimiento compuesta por: 300 g/L de acetato de polivinilo (AXILAT A-1302-N), 250 g/L de resina acrílica (LAICRIL T-2115) y 450 g/L de agua.

3.5. ENSAYOS DE USO Y MANTENIMIENTO. VIDA ÚTIL

La mayor durabilidad de las microcápsulas sobre los sustratos textiles aumentará el atractivo del productivo final, y permitirá conservar la funcionalidad del tejido y mantener sus propiedades. Uno de los objetivos de la investigación es determinar el método de aplicación más apropiado para conseguir la mayor deposición y rendimiento del proceso, pero a su vez estos productos deben presentar una elevada vida útil después de someterlos a ensayos de uso y mantenimiento como ciclos de lavado sucesivos, abrasión, etc.

En este apartado se describen cada uno de los ensayos que se han realizado sobre los tejidos después de aplicar los baños de productos por los diferentes procesos de aplicación.

3.5.1. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL LAVADO

Las muestras han sido sometidas a ensayos de resistencia al lavado en húmedo siguiendo la norma *UNE – EN ISO 105-C10 (2008)* (Solidez del color al lavado con jabón o con jabón y sosa), con el fin de evaluar y determinar la efectividad de cada uno de los parámetros objeto de estudio.

Tal y como indica la norma, las muestras que contienen las microcápsulas se han cosido por sus dos lados cortos a dos tejidos testigos estándar, testigos estándar de algodón y lana para las muestras de algodón y algodón y mezclas, testigos de algodón y poliéster para las de poliéster y resto de sintéticas, formando en ambos casos 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 durante 30 minutos, relación de baño R_b 1/50, empleando la correspondiente disolución de detergente especificado en la norma.

Las muestras han sido sometidas a ciclos de lavado de forma continuada (en algunas investigaciones se han realizado hasta 20 ciclos de lavado), con el fin de estudiar la resistencia a la degradación de las microcápsulas. Se han conservado las aguas de cada lavado, así como muestras de tejido, para su posterior análisis mediante distintas técnicas instrumentales que se detallan en el *apartado 3.6*.

Después de cada lavado se han descosido por uno de los dos lados las muestras 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 máxima de 60°C.



Fig.3.7. Linitest, realización lavados



Fig.3.8. Estufa aire forzado, ensayos resistencia al lavado

3.5.2. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL LAVADO DOMÉSTICO

Los ensayos se han llevado a cabo siguiendo la norma *UNE-EN ISO 6.330 (2001)*: (Procedimiento de lavado y secado doméstico para los ensayos textiles).

Los lavados se han realizado en una lavadora automática (Fagor Innova) a una temperatura de 30°C, según la norma se ha utilizado el programa 8A¹, empleando la

correspondiente disolución de detergente. Posteriormente las muestras se han secado al aire mediante secado en horizontal.

Algunos de los tejidos de la aplicación por impregnación han sido sometidos hasta 10 ciclos de lavado sucesivos, con el fin de estudiar la resistencia a la degradación de las microcápsulas presentes en los mismos.

3.5.3. ENSAYOS DE RESISTENCIA A LA ABRASIÓN

Las muestras de tejidos han sido sometidas a ensayos de resistencia a la abrasión siguiendo la norma *UNE – EN ISO 12.947 (1999)* (Determinación de la resistencia a la abrasión de los tejidos por el método Martindale), con el fin de evaluar y determinar la resistencia a la abrasión de los productos microencapsulados que han sido aplicados a los mismos.

Al no disponer del equipamiento necesario para la realización de los ensayos, éstos se han realizado en el Centro de Innovación Tecnológica (CTF) perteneciente al CIT de la Universidad Politécnica de Cataluña.

Uno de los objetos del presente estudio es determinar la efectividad de los productos microencapsulados sobre textiles cuando éstos se someten a ensayos de uso y mantenimiento. Someter a los tejidos a ensayos continuados de abrasión puede afectar a la estabilidad de las microcápsulas y que éstas pierdan su principio activo de manera prematura bien por la rotura de la membrana o por el desprendimiento de las mismas.

Para la realización de los ensayos se ha colocado una carga de 9 kPa, habitual para tejidos ligeros. Se emplea como tejido abrasivo el estándar de lana, definido en la norma. El número de ciclos ha sido de 125, 250, 500, 750, 1.000, 1.250, 1.500, 1.750 y 2.000.

Los tejidos de la investigación sometidos a este proceso han sido los resultantes de la aplicación por impregnación.

3.6. TÉCNICAS INSTRUMENTALES Y ANALÍTICAS

3.6.1. DETERMINACIÓN DEL GRAMAJE DE LOS TEJIDOS

El gramaje de los diferentes sustratos es uno de los parámetros objeto de estudio, ya que puede influir en la mayor o menor deposición de microcápsulas.

Para determinar el gramaje del tejido se ha utilizado un Cortador de Probetas para muestras de Gramaje (Antonio Brustio S.R.L.), siguiendo la norma *UNE-EN ISO 12.127 (1998)* (Textiles. Tejidos. Determinación de la masa por unidad de superficie de muestras pequeñas).

El procedimiento consiste en cortar distintas probetas del tejido objeto de determinación mediante el cortador de probetas que se observa en la *figura 3.9.*, estas probetas tendrán una superficie de 100 cm^2 , una vez cortadas se pesan y se expresa el resultado en gramos por metro cuadrado. Cabe destacar que los tejidos durante el corte deben estar relajados y acondicionados.



Fig.3.9. Cortador probetas, determinación del gramaje

3.6.2. DETERMINACIÓN DEL RESIDUO SECO

Los productos comerciales de microcápsulas presentan distintas cantidades de materia encapsulada en suspensión en función del lote o partida de que proceden, por

ello se deben caracterizar estos productos mediante la determinación del contenido del producto puro sin agua.

Se realiza por diferencia de peso entre el producto inicial y el producto puro sin agua. Los ensayos se llevan a cabo a 100°C durante un periodo de 24 horas en una estufa de secado (J.P. SELECTA 210).



Fig.3.10. Estufa de secado

3.6.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

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 éstas sean conductoras. [3]

La técnica consiste, principalmente, en enviar un haz de electrones sobre la muestra, recubierta previamente por una capa de metal delgado, y mediante un detector apropiado para registrar el resultado de esta interacción. El haz se desplaza sobre la muestra realizando un barrido en las direcciones X e Y de tal modo que la posición en la

que se encuentra el haz en cada momento coincide con la aparición de brillo, proporcionalmente a la señal emitida, en un determinado punto de una pantalla.

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 V. 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.

Los ensayos de microscopía electrónica se han realizado empleando un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6300 (Jeol USA Inc., Peabody; USA) en los servicios de Microscopía electrónica del Campus de Vera de la Universitat Politècnica de València y en el Campus de Alcoy de la Universitat Politècnica de València utilizando un microscopio electrónico de barrido Phenom Microscope (FEI Company).

Previamente las muestras han recibido tratamientos de recubrimiento de oro, para las muestras analizadas en el Campus de Vera, y de oro y paladio para las muestras del Campus de Alcoy, con la finalidad de transformarlas en conductoras. La capa de oro depositada en condiciones de vacío es de 5-7 nm. Las muestras analizadas eran de dimensiones 4x4 mm² aproximadamente, y el análisis siempre se ha realizado por el haz del tejido. Excepto en las muestras tratadas por recubrimiento que se han analizado por el envés ya que es en ese caso donde se han aplicado las microcápsulas.

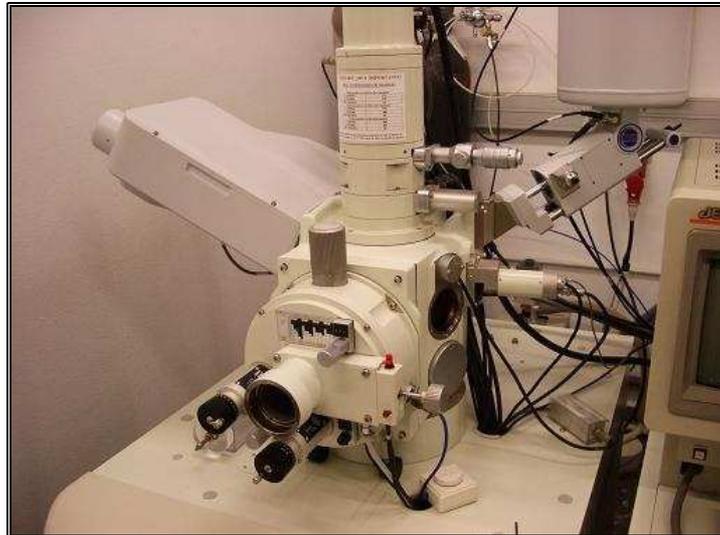


Fig.3.11. Microscopio electrónico Campus de Vera



Fig.3.12. Microscopio electrónico Campus de Alcoy



Fig.3.13. Preparación previa de los tejidos microscopía

a) Campus de Vera. b) Campus de Alcoy

3.6.4. CONTADOR DE PARTÍCULAS

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 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 0.1 mL 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.

La calibración del instrumento se realiza con una disolución de látex de poliestireno de 10 μm en medio acuoso, Coulter[®] CC Size Standard L10 (Beckman Coulter). Se añaden en 100 mL de disolución isotónica dos gotas de disolución hasta determinar la constante calibración, K_d .

En la siguiente figura se muestra el esquema y una imagen del contador de partículas que se ha utilizado, donde se indican las diferentes partes del mismo.

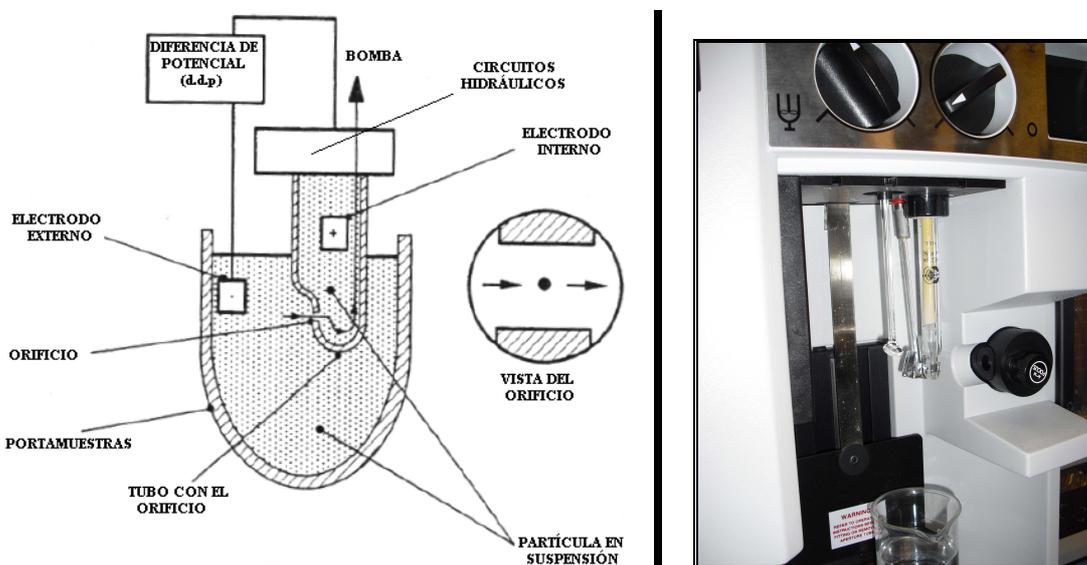


Fig.3.14. Esquema y vista contador de partículas

El análisis de las muestras de microcápsulas comerciales, de los baños de aplicación antes y después del proceso, así como de las aguas de lavado recogidas de los diversos lavados sucesivos a los que han sido sometidos los tejidos objeto de estudio, permite mediante el contador de partículas (contador de células, Coulter Counter serie Z2) determinar de forma estadística el tamaño medio, la distribución de tamaños y la cantidad de microcápsulas presentes.

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

tratamiento y análisis. La información del análisis se exporta a una hoja de cálculo donde se estudia el comportamiento de los baños analizados.



Fig.3.15. Contador de partículas

3.6.5. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FTIR-ATR)

Cuando la radiación infrarroja incide sobre una muestra, es capaz de provocar cambios en los estados vibracionales de las moléculas constituyentes de la misma. La absorción de radiación por parte de una muestra es indicativa del tipo de enlaces y grupos funcionales presentes en la misma. [3,4]

Tanto desde el punto de vista instrumental como de sus aplicaciones es conveniente dividir la región infrarroja en tres regiones denominadas infrarrojo cercano (NIR), infrarrojo medio (MIR) e infrarrojo lejano (FIR). La gran mayoría de las aplicaciones analíticas clásicas de la espectroscopía infrarroja se basan en el empleo del infrarrojo medio ($4.000-600\text{ cm}^{-1}$) y el infrarrojo cercano, que proporciona la posibilidad de convertir esta técnica en una técnica cuantitativa. La técnica de transformada de Fourier supuso una revolución en la espectroscopía en general y particularmente en este tipo de espectroscopía, permitiendo la obtención de espectros de forma rápida, precisa y con relaciones Señal/Ruido (S/N) elevadas.

Se trata de una técnica no destructiva. En el modo ATR las muestras no necesitan ninguna preparación aunque deben cumplir algunos requisitos. La utilización del accesorio de ATR Golden Gate con cristal de diamante permite la obtención de espectros de ATR de materiales poco usuales en esta técnica, como por ejemplo sólidos pulverulentos, espumas, fibras, etc. En el caso del modo de trabajo de transmisión, las muestras sólidas deben mezclarse con KBr y molerse antes de conformarse en forma de pastilla. En estos momentos es posible el análisis de muestras líquidas y sólidas tanto por ATR como por transmisión.

Los Servicios Técnicos de Investigación (SS.TT.I) de la Universidad de Alicante disponen de un espectrómetro BRUKER IFS 66, capaz de trabajar con una resolución de hasta 1 cm^{-1} . Dispone de una fuente de IR medio (tipo) con un rango de trabajo entre $9.000\text{-}100\text{ cm}^{-1}$. La utilización de un divisor de haz de KBr y un detector DLaTGS limita la obtención de espectros de calidad al rango $7.000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$, aunque existe la posibilidad de aumentar este rango hasta los 200 cm^{-1} con la utilización de distintos divisores de haz.



Fig.3.16. Espectrómetro

3.6.6. ESPECTROSCOPIA ELECTRÓNICA DE RAYOS X (XPS)

La técnica de espectroscopía fotoelectrónica de rayos-X consiste básicamente en la excitación mediante un haz de rayos-X de los niveles más internos de los átomos, provocando la emisión de fotoelectrones que nos proporcionan información sobre la energía de cada nivel y, por tanto, sobre la naturaleza de cada átomo emisor. [4]

Puesto que la energía del haz es hn , si el fotoelectrón sale con una energía cinética (EK), la diferencia entre ambas nos da la energía de ligadura (EL) del átomo en particular, característica de cada elemento. Todo se resume en medir la velocidad de los electrones emitidos mediante el espectrómetro:

$$EL = hn - EK$$

Para ello es necesario trabajar en condiciones de Ultra Alto Vacío UHV (ultra high vacuum). Esto se consigue mediante el uso de bombas turbo-moleculares y bombas iónicas apoyadas con vacíos previos obtenidos por bombas rotatorias de aceite.

Esta técnica es capaz de obtener la composición química de varias superficies materiales hasta 1-2 nm de profundidad. Es posible saber la composición superficial de un material e incluso el estado de oxidación y si contiene un determinado elemento. Se pueden detectar todos los elementos, exceptuando el hidrógeno. La sensibilidad depende de cada elemento en particular. El objetivo principal de esta técnica consiste en dar la composición porcentual de una determinada capa así como el estado de oxidación de los elementos que la forman.

Los cuidados que se han de tomar a la hora del manejo del equipo son sobre todo relacionados con las condiciones de UHV. Por tanto, se debe evitar que entre aire en el sistema, sobre todo en la cámara de análisis. Las muestras se deben encontrar secas y no han de desprender ningún tipo de gas o vapor que pudiera contaminar las paredes internas del equipo. Tampoco deben descomponerse durante el proceso de irradiación.

Dado que las condiciones de vacío son muy extremas, las muestras deben ser sólidas, sin aceites u otro tipo de materiales que descompongan o evaporen.

El equipo utilizado es el VG-Microtech Mutilab 3000 equipado con un analizador de electrones semiesférico con 9 channeltrons (con energía de paso de 2-200 eV) y una fuente de radiación de rayos X con ánodos de Mg y Al. Posee una cámara de pretratamiento a atmósfera y temperatura controladas.

En la cámara de transporte se pueden realizar tratamientos de decapado mediante un cañón de iones. En la cámara de análisis se encuentran un cañón de electrones para

realizar espectroscopía Auger y otro cañón de electrones (de baja intensidad) "flood gun" para contrarrestar el efecto de carga en muestras no conductoras.

Para los análisis se ha utilizado una fuente de radiación de Mg/K//a/(1253.6 eV) de doble ánodo en el modo de analizador de energía constante con una energía de paso de 50 eV. La presión de la cámara de análisis se ha mantenido a $5 \cdot 10^{-10}$ mB. La energía de ligadura (EL) y las escalas de Auger de energía cinética de (EK) se han regulado mediante el establecimiento de la transición C1s a 284.6 eV. La precisión de los valores de EL y EK ha sido de ± 0.2 y ± 0.3 eV respectivamente. Los valores de EL y EK se han obtenido mediante el Programa Peak-fit implementado en el software de control del espectrómetro. Las mediciones de XPS se han realizado en cinco zonas diferentes del tejido.



Fig.3.17. Equipo XPS

3.7. ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO

Para la realización de este tipo de análisis, análisis cualitativo y subjetivo, no se dispone ni se utiliza ningún método normalizado o técnica instrumental.

Una vez se aplican por cualquiera de los métodos anteriormente descritos los productos microencapsulados a los diferentes sustratos textiles, se comprueba si éstos desprenden el aroma utilizado como materia activa, o si es necesario frotarlos para

poder apreciar dicho aroma. El frote provocará la rotura de la membrana y el desprendimiento del principio activo en caso de que el tejido contenga microcápsulas.

El análisis organoléptico se realiza siempre por personas especializadas a fin de contrarrestar los resultados obtenidos. A su vez estos resultados se corroboran mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), a fin de conocer la presencia o no de productos microencapsulados entre las fibras de los tejidos. Este análisis también se realiza en los sustratos después de someterlos a ensayos de uso y mantenimiento.

3.8. DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO

Una vez descrito todo el procedimiento experimental, en el presente apartado se muestra el diagrama de flujo que sigue la investigación, formado por cada una de las fases que constituyen a la misma, un total de 6 fases. Se indica de forma general cada uno de los procedimientos y técnicas instrumentales utilizadas en cada fase que ya han sido descritas en apartados anteriores.

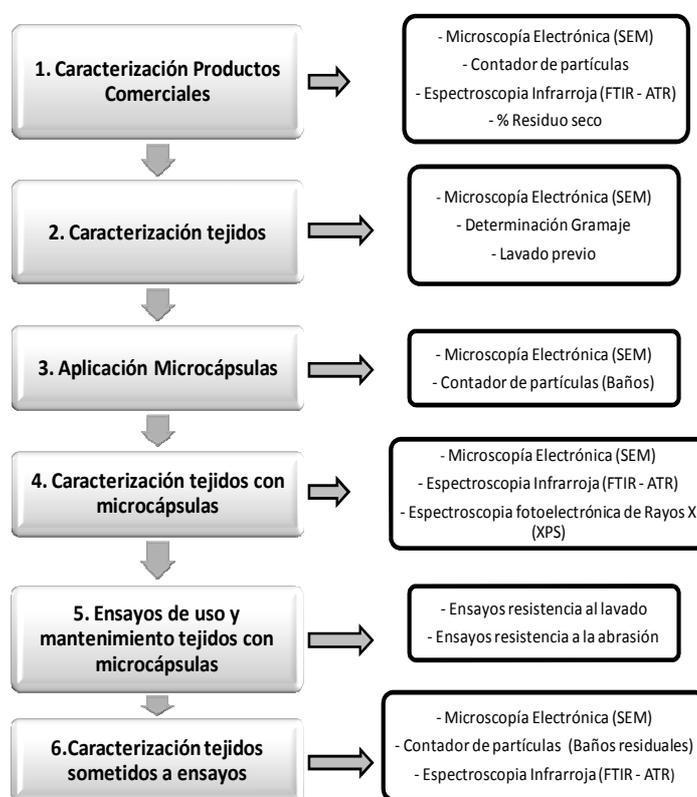


Fig.3.18. Diagrama de Flujo del Proceso de Investigación

3.9. BIBLIOGRAFÍA

- 3-1. Monllor P., Bonet M., Cases F., *Characterization of the behavior of flavour microcapsules in cotton fabrics*. European Polymer Journal, 43, 2481-2490, (2007).
- 3-2. Monllor P., Sánchez L., Cases F., & Bonet M., *Thermal behavior of microencapsulated fragrances on cotton fabrics*. Textile Research Journal, 79 (4), 365-380, (2009).
- 3-3. Skoog D.A., West D.M., *Análisis Instrumental (Segunda Edición)*. Editorial Mc Graw Hill, 157-253 (1989). ISBN-968-422-624-1.
- 3-4. Servicios Técnicos de Investigación – Universidad de Alicante. Consulta día 2 de Julio de 2012, <http://www.ua.es/es/investigacion/sti/presentacion/index.html>.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. CARACTERIZACIÓN PRODUCTOS COMERCIALES

En el presente apartado se muestran los resultados obtenidos al caracterizar los productos comerciales utilizados en la investigación. En muchas ocasiones los fabricantes de productos no proporcionan suficiente información sobre los mismos. Por otro lado, técnicos del grupo de investigación han detectado mediante análisis organoléptico diferencias en el aroma entre distintos lotes de un mismo producto. Por ello, es necesario analizar y cuantificar las propiedades de dichos productos, y principalmente de las muestras de productos microencapsulados a utilizar.

Esta parte de la investigación se centra en conocer sus propiedades en cuanto a: *estado de los productos, dispersión de tamaños y cantidad de microcápsulas, composición química de la materia activa y de la membrana y residuo seco.*

Para poder conocer estas propiedades se han empleado las técnicas instrumentales descritas en el capítulo 3, *apartado 3.6.* del presente trabajo de investigación. Microscopía electrónica de barrido (SEM), contador de partículas, espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) y estufa de secado.

Cabe recordar que el nombre comercial de un mismo producto representa varios aromas. Se han utilizado diversos lotes de productos a lo largo de la investigación, cada partida se ha referenciado como: Menta 3, Lavanda 1, Lavanda 2, Lavanda 3 y Lavanda 4. Al igual que la Resina Center BC que se utilizan dos lotes, Resina Center BC 1 y BC 2.

Respecto a los resultados obtenidos se observan diferencias significativas, así para un mismo producto comercial referenciado como CENTERFINISH 164/02 y con el mismo aroma, lavanda, las diferencias en cuanto al número de partículas varían en cada lote (*tabla 4.1.1.*). Por ello, para la investigación se tienen en cuenta estas variaciones y a la hora de realizar estudios comparativos siempre se empleará el mismo lote de productos.

Los resultados cuantificables en la caracterización de los productos son los siguientes:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>	<i>Propiedades</i>		
		<i>Residuo seco (%)</i>	<i>Número de partículas (10³) /mL</i>	<i>Homogeneidad tamaño partículas</i>
CENTERFINISH 164/02	Menta 3	60,00	4.353.800	No
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 1	50,96	2.943.800	No
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 2	30,03	1.990.467	No
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 3	49,42	5.095.600	No
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 4	36,58	1.484.900	No
Resina Center BC	RBC 1	62,78	241.533	No
Resina Center BC	RBC 2	37,43	237.467	No
Resina Center STK-100	STK-100	54,96	336.833	No

Tabla 4.1.1. Características de los productos comerciales empleados

4.1.2. ESTADO DE LOS PRODUCTOS. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

Esta técnica instrumental permite conocer el estado de los productos comerciales antes de ser utilizados. El procedimiento consiste en depositar una gota de producto comercial sobre papel de celulosa y posteriormente después de secado realizar el análisis. En primer lugar se muestra una micrografía del papel de celulosa (*figura 4.1.1.*) sin añadirle ningún producto, para de esta forma conocer el aspecto que presenta al microscopio.

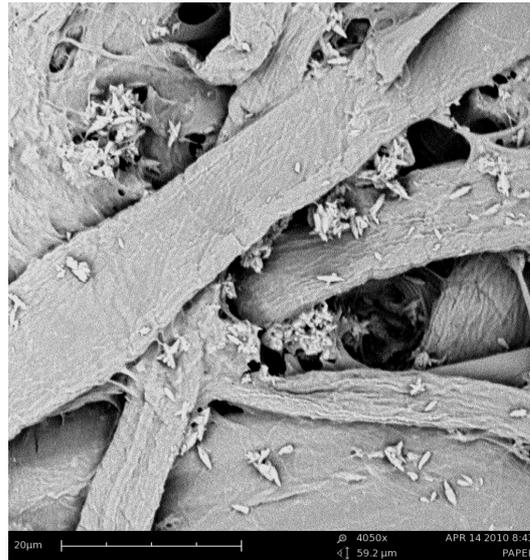


Fig.4.1.1. Micrografía papel celulosa, 4050 aumentos

En la *figura 4.1.2.* se observa el aspecto que presenta uno de los baños utilizados en la investigación compuesto por producto microencapsulado y resina acrílica como ligante.

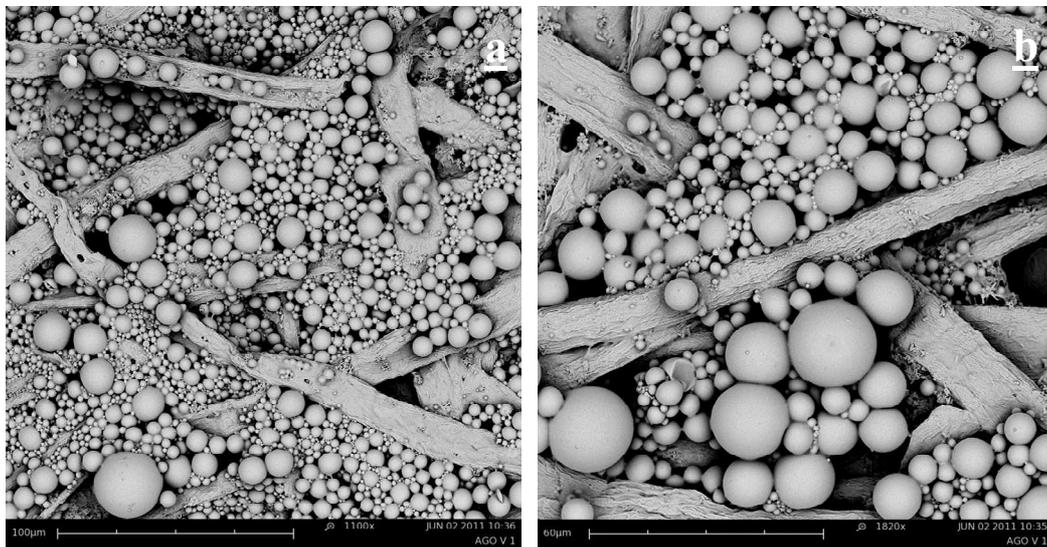


Fig.4.1.2. Micrografías papel celulosa. Baño 60 g/L del producto comercial de microcápsulas y 10 g/L de resina acrílica. a) 1100 y b) 1820 aumentos

Las microcápsulas presentan forma esférica y existe una elevada dispersión de tamaños de partículas dentro un mismo producto comercial, por ello, la caracterización

previa de los productos es de vital importancia para poder conocer los radios con los cuales se trabajará al realizar los análisis con el contador de partículas.

Las micrografías que muestran el aspecto del producto comercial utilizado como ligante pueden observarse en la *figura 4.1.3.* Tal y como se ha explicado previamente, las microcápsulas no presentan afinidad por las fibras que constituyen los tejidos, por ello, la misión de la resina utilizada como ligante, es fijar las microcápsulas a las fibras del tejido de forma que se incremente la vida útil del producto comercial. Se puede apreciar (*figura 4.1.3.*) el aspecto de adhesivo que presenta la resina.

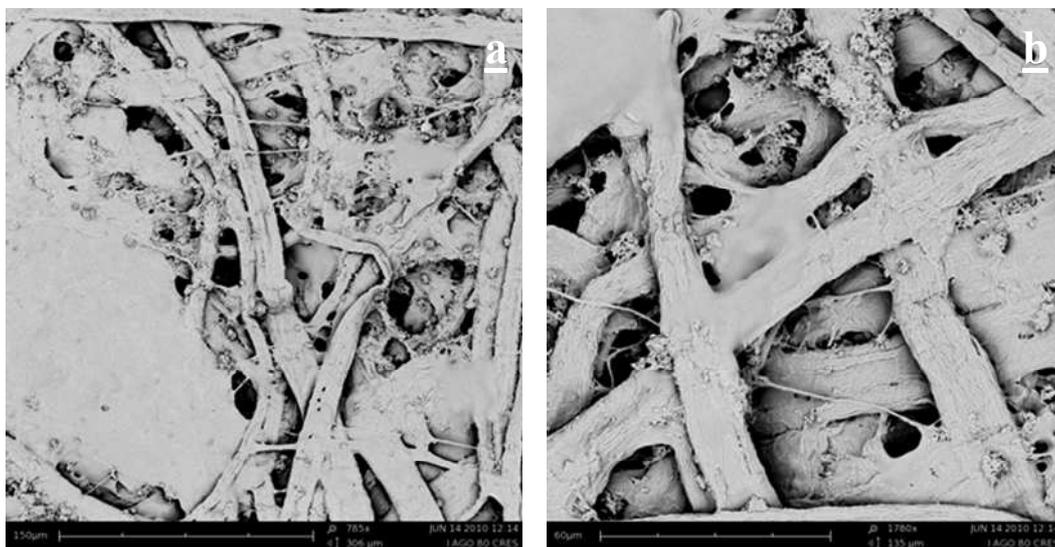


Fig.4.1.3. Micrografías papel celulosa. Baño 10 g/L de resina acrílica. a) 785 y b) 1780 aumentos

Optimizar los baños de productos a emplear para conseguir la mayor deposición de las microcápsulas sobre los sustratos textiles es uno de los objetivos del presente trabajo. Estos baños se preparan normalmente el mismo día en el que se van aplicar sobre los tejidos.

Durante la fase experimental se decidió emplear un baño de productos que llevaba algún tiempo preparado, alrededor de dos semanas, para ello, antes de ser aplicado sobre los tejidos, mediante microscopía electrónica se analizó el estado del mismo, observándose (*figura 4.1.4.*) que parte de las microcápsulas no presentaban forma esférica.

Una de las posibles conclusiones del estado que presentaban los baños es que al estar en contacto con agua durante tiempos prolongados las microcápsulas pierdan su principio activo por permeabilidad a través de la membrana, por ello, el tiempo de preparación de los baños de productos es otro parámetro a considerar.

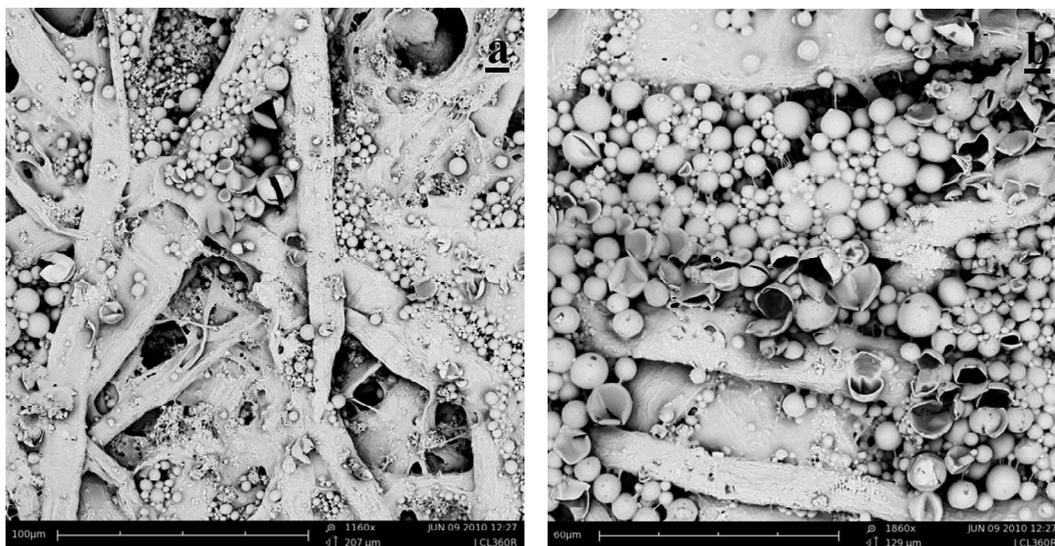


Fig.4.1.4. Micrografías papel celulosa. Baño 60 g/L del producto comercial de microcápsulas y 10 g/L de resina acrílica. a) 1160 y b) 1860 aumentos

4.1.3. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA MATERIA ACTIVA Y DE LA MEMBRANA. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FTIR-ATR)

La espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) se realiza a dos muestras líquidas de los productos comerciales microencapsulados utilizados. El producto comercial es el CENTERFINISH 164/02, que presenta dos tipos de aroma, tal y como se ha explicado en el *apartado 4.1.*, aroma menta y lavanda. Los análisis se realizan en los productos referenciados como Menta 3 y Lavanda 2, las características de estos productos se encuentran en la *tabla 4.1.1.*

La representación gráfica de los espectros de cada uno de los productos permite obtener las siguientes figuras:

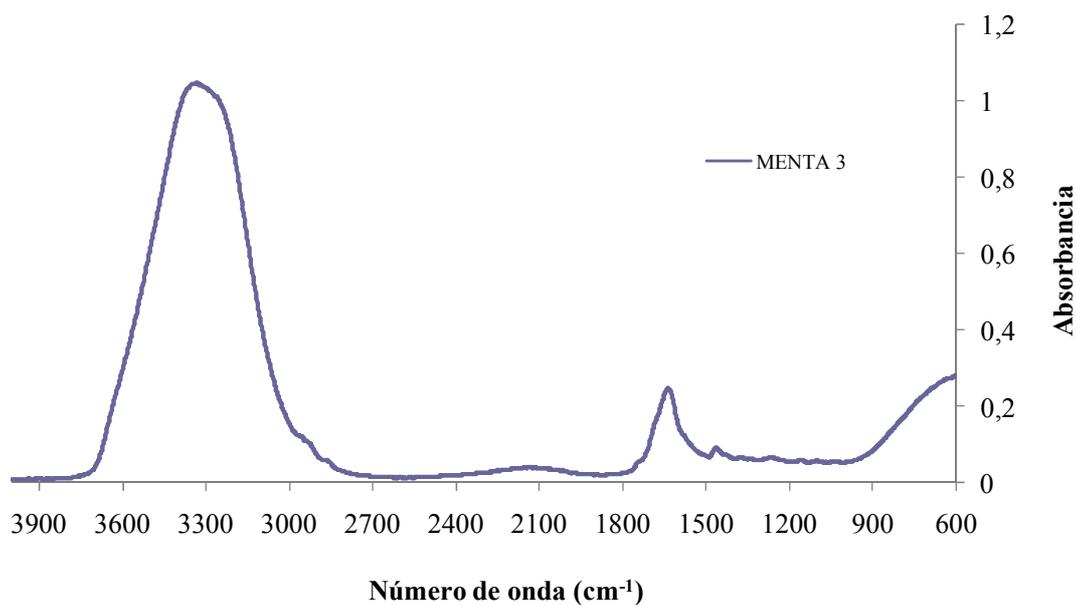


Fig.4.1.5. Espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) productos comercial microencapsulado, CENTERFINISH 164/02, aroma menta.

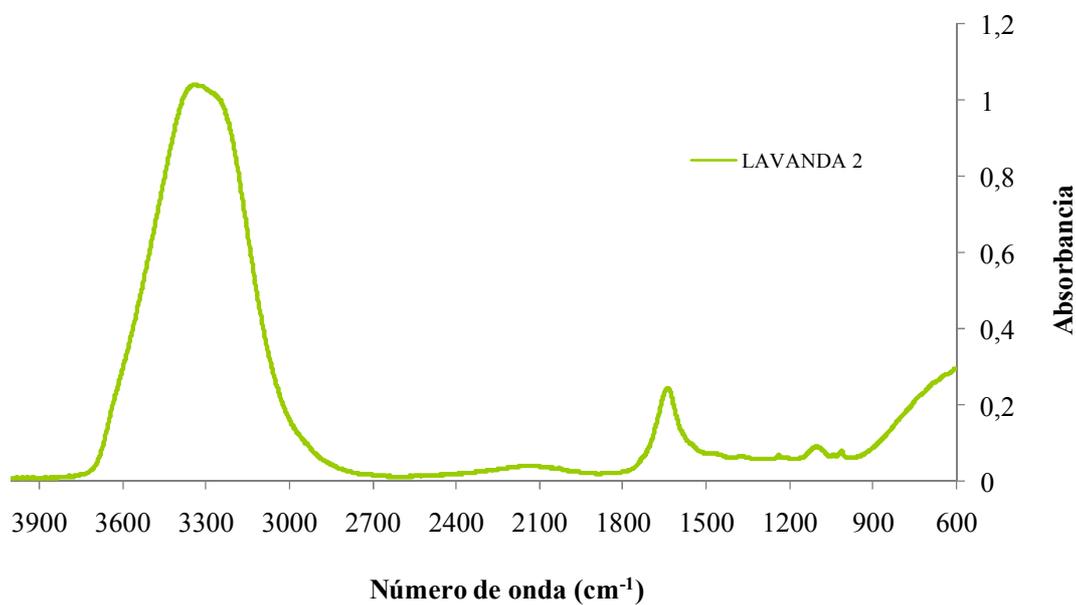


Fig.4.1.6. Espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) productos comercial microencapsulado, CENTERFINISH 164/02, aroma lavanda.

Ambos productos presentan bandas comunes entre ellos, muestran el mismo comportamiento en la zona de 3700-3000 cm⁻¹ correspondiente a las vibraciones de

tensión del grupo OH. Las casas comerciales de productos indican que las membranas de las microcápsulas utilizadas son de melamina-formol, por ello, al consultar investigaciones previas [1] en las que se muestra un espectro de este producto, se confirma que las microcápsulas empleadas sí que poseen este polímero en sus membranas.

Investigaciones previas [1] demostraron que las bandas de los principios activos no se solapaban con las bandas de la membrana, así en la zona de 1481 a 954 cm^{-1} se observan diferencias entre los espectros de los dos productos comerciales estudiados, estas diferencias pueden corresponder a los principios activos contenidos en el interior de las membranas.

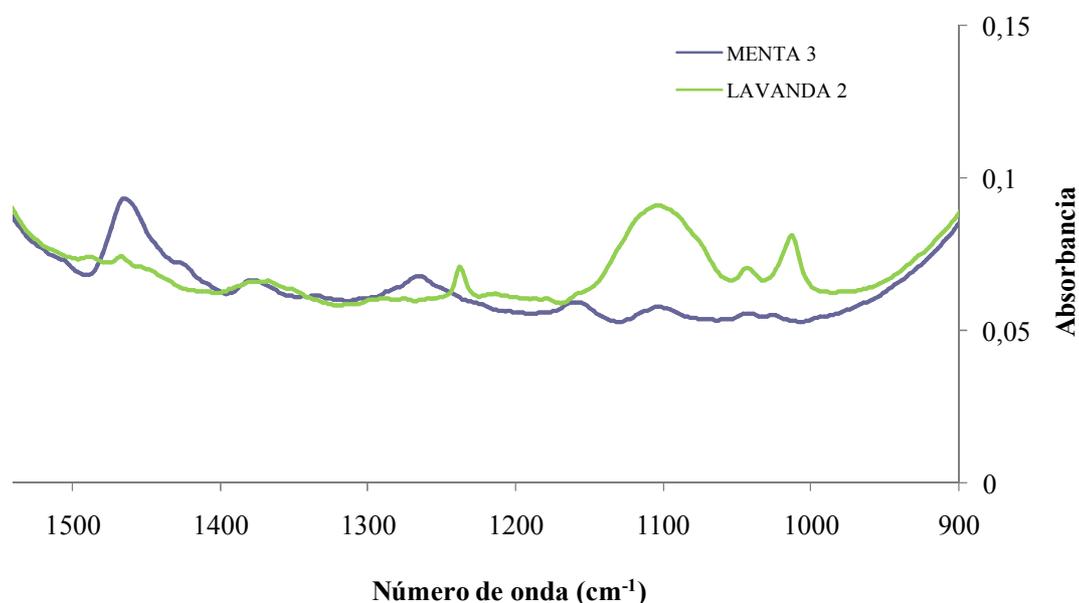


Fig.4.1.7. Espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) productos comerciales microencapsulados, CENTERFINISH 164/02, aroma menta y lavanda.

4.1.4. DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑOS Y CANTIDAD DE PARTÍCULAS. CONTADOR DE PARTÍCULAS

En la *figura 4.1.8.*, se compara en un mismo gráfico la relación existente entre el número de partículas por mililitro de baño de fulardado y su radio, para cada uno de

los productos microencapsulados comerciales empleados. Esta representación gráfica se obtiene a través del análisis del producto comercial en el contador de partículas.

La concentración de producto en el baño de impregnación es excesiva para el contador de partículas ya que la señal se satura, por ello, se han realizado las respectivas diluciones para poder llevar a cabo los análisis.

La relación de los productos utilizados así como su número total de partículas se muestra en la siguiente tabla:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>	<i>Número de partículas (10³) /mL</i>
CENTERFINISH 164/02	Menta 3	4.353.800
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 1	2.943.800
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 2	1.990.467
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 3	5.095.600
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 4	1.484.900

Tabla 4.1.2. Productos comerciales microencapsulados

La representación gráfica (*figura 4.1.8.*), permite observar la dispersión de tamaños y las diferencias en cuanto a número de partículas que existen entre los diferentes productos comerciales empleados, por ello, su caracterización previa es importante a la hora de aplicar productos microencapsulados sobre sustratos textiles.

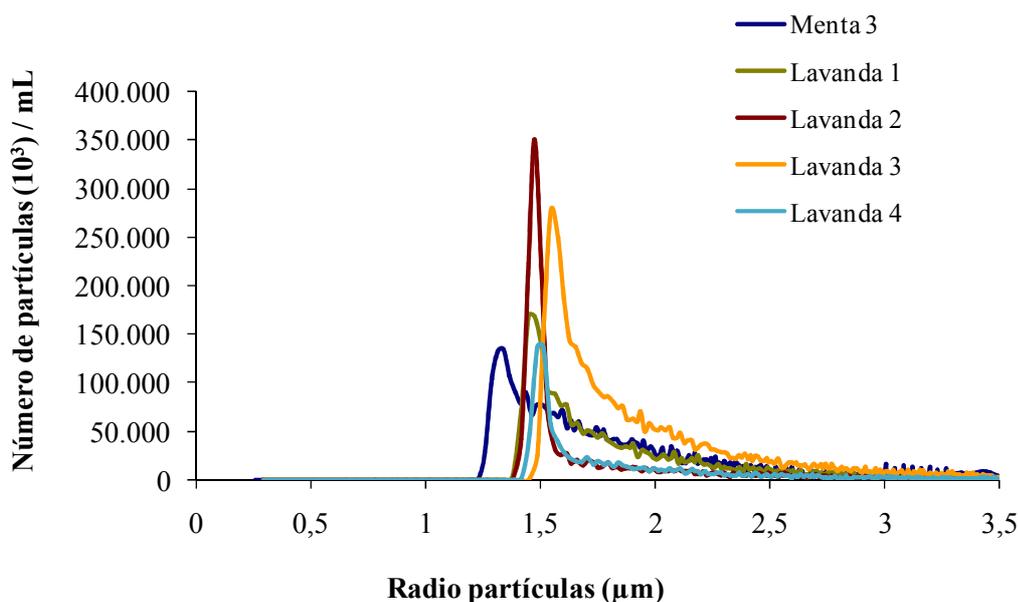


Fig.4.1.8. Representación gráfica, dispersión tamaño de partículas productos comerciales

A excepción del producto referenciado como Menta 3, los aromas de lavanda de diferentes lotes presentan como radios de partículas máximos valores comprendidos entre 1,3-1,6 μm . Los lotes de Lavanda 2 y Lavanda 3 presentan mayor cantidad de partículas con radios superiores.

4.1.5. CONCLUSIONES PARCIALES

Los resultados obtenidos en el *apartado 4.1. Caracterización de productos comerciales*, muestran que comercialmente es muy difícil obtener productos que siempre presenten las mismas propiedades.

Las microcápsulas presentan forma esférica y existe una elevada dispersión de tamaños de partículas dentro un mismo producto comercial, por ello, la caracterización previa de los productos es de vital importancia.

La espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) confirma que las microcápsulas empleadas a lo largo de la investigación poseen membranas de melamina-formaldehído, tal y como indica la casa comercial del producto.

Los productos miroencapsulados al estar en contacto con agua durante tiempos prolongados pierden su principio activo por permeabilidad a través de la membrana, por ello, el tiempo de preparación de los baños de productos es un parámetro a considerar.

4.2. APLICACIÓN POR IMPREGNACIÓN

4.2.1. OPTIMIZACIÓN CANTIDAD DE LIGANTE

Previamente se ha establecido la necesidad de utilizar ligantes que permitan fijar las microcápsulas a las fibras. La cantidad de ligante utilizada puede repercutir en el tacto final del tejido.

En el presente apartado se pretende optimizar la cantidad de ligante a emplear en los baños de productos, a fin de conseguir la mayor deposición y permanencia de los productos microencapsulados sobre los sustratos textiles.

Las composiciones de los baños utilizados son las siguientes:

<i>Ref. Baño</i>	<i>Composición (g/L)</i>	
	<i>P. Microencapsulado</i>	<i>Resina</i>
I	60	0
II	60	5
III	60	10
IV	60	15

Tabla 4.2.1. Composición baños de productos, aplicación por impregnación

Concentraciones superiores a 15 g/L han sido desestimadas porque el cambio en el tacto del tejido era evidente.

Los productos comerciales empleados quedan referenciados como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Menta 3
Resina Center BC	RBC 1

Tabla 4.2.2. Referencias productos comerciales utilizados

Como sustratos textiles se emplean:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	210	CALADA	(3) Co 210
Poliéster	140	CALADA	(9) Pes 140

Tabla 4.2.3. Características y referencias tejidos utilizados

Durante el estudio se han realizado un gran número de micrografías, las que a continuación se muestran son aquellas que permiten una mejor interpretación de los resultados obtenidos.

La información obtenida a partir de las micrografías es una información puntual, adquirida a partir de muestras de aproximadamente 4x4 mm², el análisis sobre distintas zonas de un mismo tejido permite establecer que esta observación se considera extensible a la totalidad del tejido. En la investigación, se muestra una sola fotografía pero se observa una superficie mayor y se registran varias imágenes.

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

Para el caso del tejido de algodón (*figura 4.2.1.*) se aprecia que las microcápsulas tienden a situarse en posiciones concretas, de manera preferencial en los surcos que forma la sección arriñonada de las fibras. Se observa la mayor o menor presencia de ligante, resina acrílica, en función de la composición del baño de productos.

El empleo de una dosis adecuada de ligante es de vital importancia para optimizar la permanencia de las microcápsulas sobre los sustratos textiles. A 15 g/L la concentración de resina es excesiva, tal y como puede observarse (*figura 4.2.1.*), existe gran cantidad de materia polimérica entre las fibras y modifica sustancialmente el tacto del tejido.

Otro aspecto a destacar y que ya se ha demostrado al caracterizar los productos comerciales (*apartado 4.1.2.*) es, la diversidad de tamaños que presentan las microcápsulas contenidas en un mismo producto comercial.

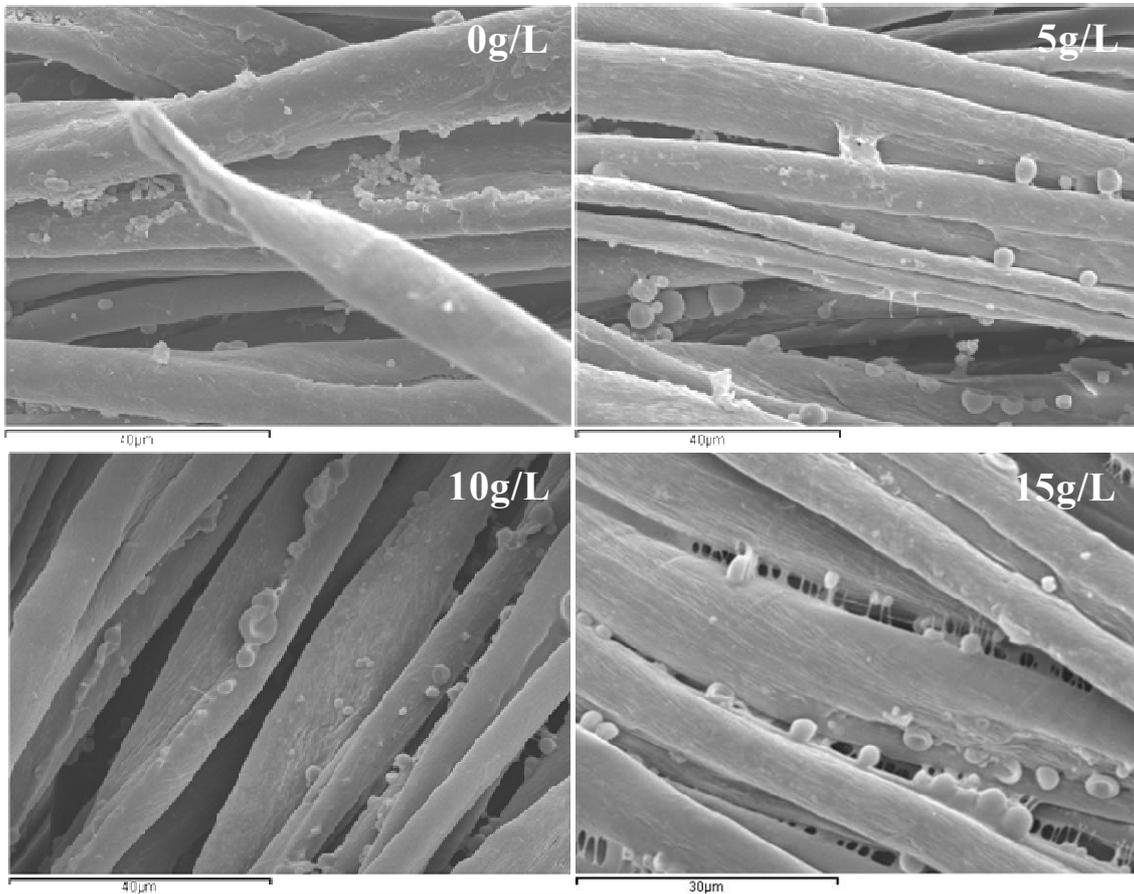


Fig. 4.2.1. Micrografías de los tejidos de algodón impregnados con un baño de 60 g/L de producto comercial microencapsulado y distintas concentraciones de resina acrílica. Las micrografías están realizadas a 2000 aumentos

La *figura 4.2.2.* muestra las imágenes obtenidas por microscopía electrónica para los tejidos de poliéster. Se observa al igual que en la *figura 4.2.1.*, la mayor o menor presencia de resina en función de la composición del baño de productos y la dispersión de tamaños de las microcápsulas para un mismo producto comercial. A 15 g/L la concentración de resina es excesiva y éste exceso afecta al tacto del tejido de poliéster, tal y como ocurre con el tejido de algodón (*figura 4.2.1.*).

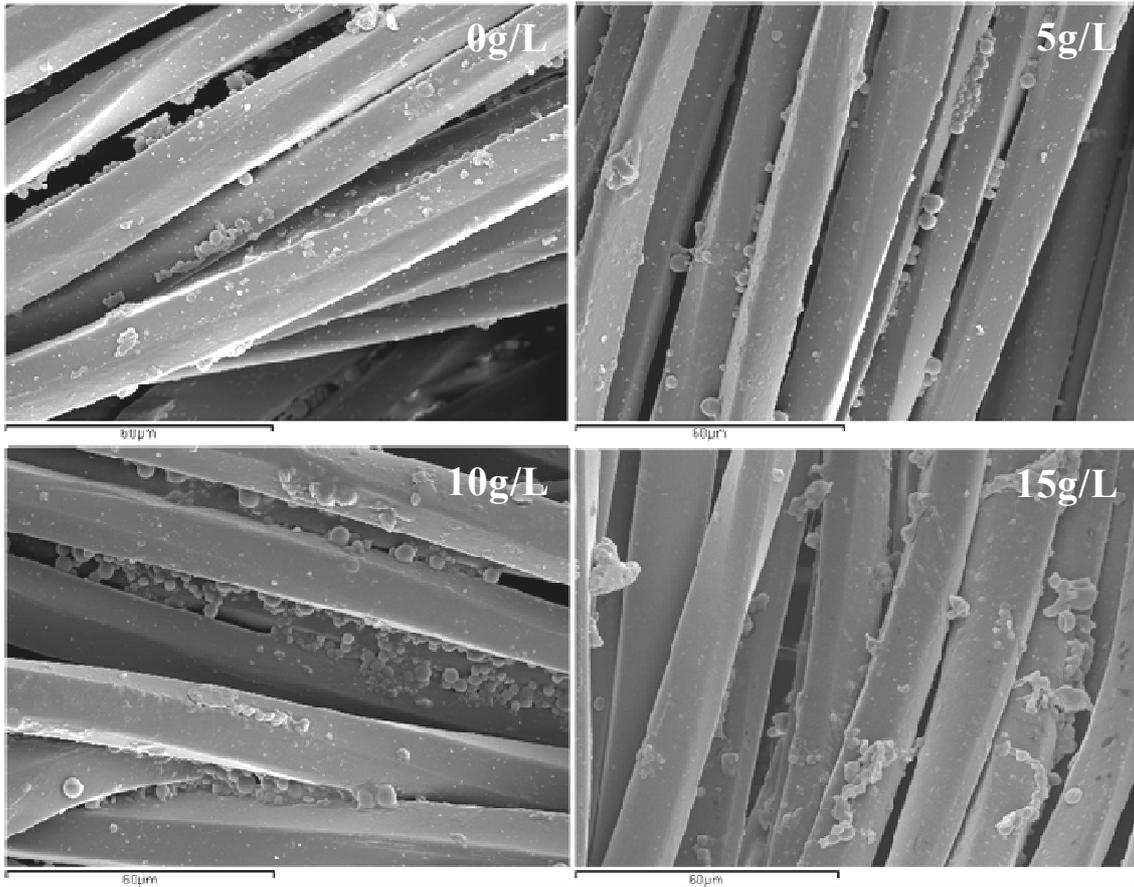


Fig.4.2.2. Micrografías de tejidos de poliéster impregnados con un baño de 60 g/L de producto comercial microencapsulado y distintas concentraciones de resina acrílica. Las micrografías están realizadas a 1000 aumentos

4.2.1.1. CONCLUSIONES PARCIALES

Las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica proporcionan información de la situación y estado de las microcápsulas sobre las fibras de los tejidos. No existe homogeneidad en cuanto al tamaño de las partículas contenidas en un mismo producto comercial.

El empleo de una dosis adecuada de ligante es de vital importancia para optimizar la permanencia de las microcápsulas sobre los sustratos textiles. A 15 g/L existe gran cantidad de materia polimérica entre las fibras y modifica sustancialmente el tacto del tejido.

4.2.2. CÁLCULO DEL NÚMERO DE PARTÍCULAS DEPOSITADAS SOBRE LOS TEJIDOS

En la aplicación de productos microencapsulados por impregnación, si se conoce el número de partículas de la disolución inicial de producto (partículas por mL de baño de fulardado) y el porcentaje de impregnación (% pick-up) de cada uno de los tejidos empleados, es posible determinar la cantidad de microcápsulas que quedan sobre los mismos una vez éstos han sido impregnados.

Se muestra un ejemplo para un tejido de algodón de 210 g/m², referencia tejido número 3 (*capítulo 3, parte experimental, tabla 3.9.*), que ha sido impregnado con un baño de 60 g/L de producto comercial microencapsulado (CENTERFINISH 164/02 referenciado como Lavanda 3) y 10 g/L de resina acrílica (RESINA CENTER STK-100 referenciado como STK-100), siendo el pick-up (% impregnación) 99,50%.

La fórmula propuesta para el cálculo de las microcápsulas depositadas por metro cuadrado de tejido es:

$$N.Partículas / m^2 = \frac{Pick - up(\%) \times N.Partículas / L}{1000} \times \frac{gramaje (g / m^2)}{100}$$

Ec.4.2.1. Cálculo número de partículas depositadas sobre los tejidos

Siendo el *pick-up (%)* el porcentaje de baño que el tejido absorbe (mL/100 g), “*N. Partículas*” número de partículas por litro de baño de fulardado, determinadas mediante el contador de partículas, y el *gramaje* del tejido (g/m²) a tratar.

En los cálculos se asume que la densidad de la dispersión formada por agua más microcápsulas, ρ , es de 1 g/L.

Para el caso del algodón se obtendrán teniendo en cuenta los datos indicados anteriormente:

<i>Peso seco (g)</i>	<i>Peso húmedo (g)</i>	<i>Pick – up (%)</i>	<i>Número de partículas (10³) /mL</i>	<i>Número de partículas (10³) /m²</i>
BAÑO INICIAL				
59,80	119,30	99,50	10.865.700.000	2.270.349.857.860

Tabla 4.2.4. Cantidad de partículas depositadas sobre un tejido de algodón, cálculo por el pick-up

Otra forma de determinar la cantidad de partículas depositadas es, tomar una muestra inicial de baño y otra después de haber pasado el tejido por el fulard; por diferencia y teniendo en cuenta la cantidad de producto depositado sobre el tejido, es posible determinar el número de partículas.

<i>Peso seco (g)</i>	<i>Peso húmedo (g)</i>	<i>Cantidad Baño añadida (g)</i>	<i>Número de partículas (10³) /mL</i>	<i>Número de partículas (10³) /mL</i>	<i>Número de partículas (10³) /m²</i>
			BAÑO INICIAL	BAÑO FINAL	
59,80	119,30	59,50	10.865.700.000	9.866.900.000	12.480.006.000.000

Tabla 4.2.5. Cantidad de partículas depositadas sobre un tejido de algodón, cálculo por diferencia

Al comparar los resultados obtenidos por ambos procedimientos de cálculo (tablas 4.2.4. y 4.2.5.) se observan diferencias significativas. Este hecho corrobora resultados obtenidos en investigaciones previas realizadas por los autores [2], que demostraron que el tejido de algodón actuaba de filtro a su paso por el fulard.

4.2.2.1. CONCLUSIONES PARCIALES

En la aplicación de productos microencapsulados por impregnación es posible determinar la cantidad de microcápsulas que quedan sobre los tejidos una vez éstos han sido impregnados, para ello, es necesario conocer el número de partículas de la disolución inicial de producto (partículas por mL de baño de fulardado) y el porcentaje de impregnación (% pick-up) de cada uno de los tejidos empleados.

El cálculo por diferencia entre el número de partículas del baño inicial y final recogidos antes y después de haber pasado el tejido por el fulard, también permite determinar la cantidad de microcápsulas que quedan sobre el tejido después de la aplicación.

Dado que el cálculo por diferencia de partículas en los baños inicial y final es superior al cálculo realizado teniendo en cuenta el porcentaje de impregnación (% pick-up) del tejido, se demuestra que el tejido actúa como filtro y retiene mayor cantidad de partículas.

4.2.3. INFLUENCIA DE LA CONCENTRACIÓN DE LIGANTE EN LA RESISTENCIA DE LOS PRODUCTOS MICROENCAPSULADOS A LOS LAVADOS SUCESIVOS

Para poder optimizar la cantidad de ligante en el baño de productos se han sometido a los tejidos de algodón y poliéster utilizados en el *apartado 4.2.1.*, hasta 20 ciclos de lavado sucesivos en húmedo siguiendo la norma *UNE – EN ISO 105-C10 (2008) (Solidez del color al lavado con jabón o con jabón y sosa)*. El objetivo es, determinar la cantidad óptima de ligante que permita retener las microcápsulas sobre las fibras de los tejidos durante el mayor tiempo posible sin impedir el desprendimiento de forma gradual del principio activo contenido en el interior de la microcápsula y alterando el tacto lo menos posible.

No se han realizado ensayos de resistencia al lavado con el baño de productos IV en el que se utilizaban 15 g/L de resina, esto se debe a la elevada cantidad de resina presente entre las fibras de los tejidos (*figuras 4.2.1 y 4.2.2.*) que modificaba sustancialmente el tacto de los mismos.

Las imágenes obtenidas (*figuras 4.2.3, 4.2.4., 4.2.5., 4.2.8., 4.2.9. y 4.2.10.*), no permiten cuantificar la cantidad de microcápsulas depositadas sobre los sustratos, pero sí permiten observar que la acción sucesiva de los lavados influye en la permanencia de las microcápsulas sobre los tejidos. El posterior análisis de las aguas residuales

mediante el contador de partículas cuantificará la cantidad de partículas desprendidas de los tejidos después de cada ciclo de lavado.

A continuación se muestran las micrografías de los tejidos de algodón y poliéster con cada uno de los baños de productos empleados después de someterlos a distintos ciclos de lavado de forma continuada. Cada imagen indica el número de ciclos de lavado al que se ha sometido el tejido (0L= tejido sin lavados, 5L= 5 lavados, 10L= 10 lavados, 15L= 15 lavados y 20L= 20 lavados).

Las micrografías de las *figura 4.2.3. (Tejidos de algodón impregnados con el baño I)* compuesto por 60 g/L de producto microencapsulado y 0 g/L de resina, permiten conocer la situación, estado y tamaño de las microcápsulas a medida que aumenta el número de lavados.

Durante el transcurso de los ciclos de lavado, la cantidad de microcápsulas entre las fibras de los tejidos es menor, por ello, es necesario optimizar la cantidad de ligante con el fin de conseguir la mayor durabilidad del producto sobre el tejido.

TEJIDOS DE ALGODÓN – IMPREGNADOS CON EL BAÑO I

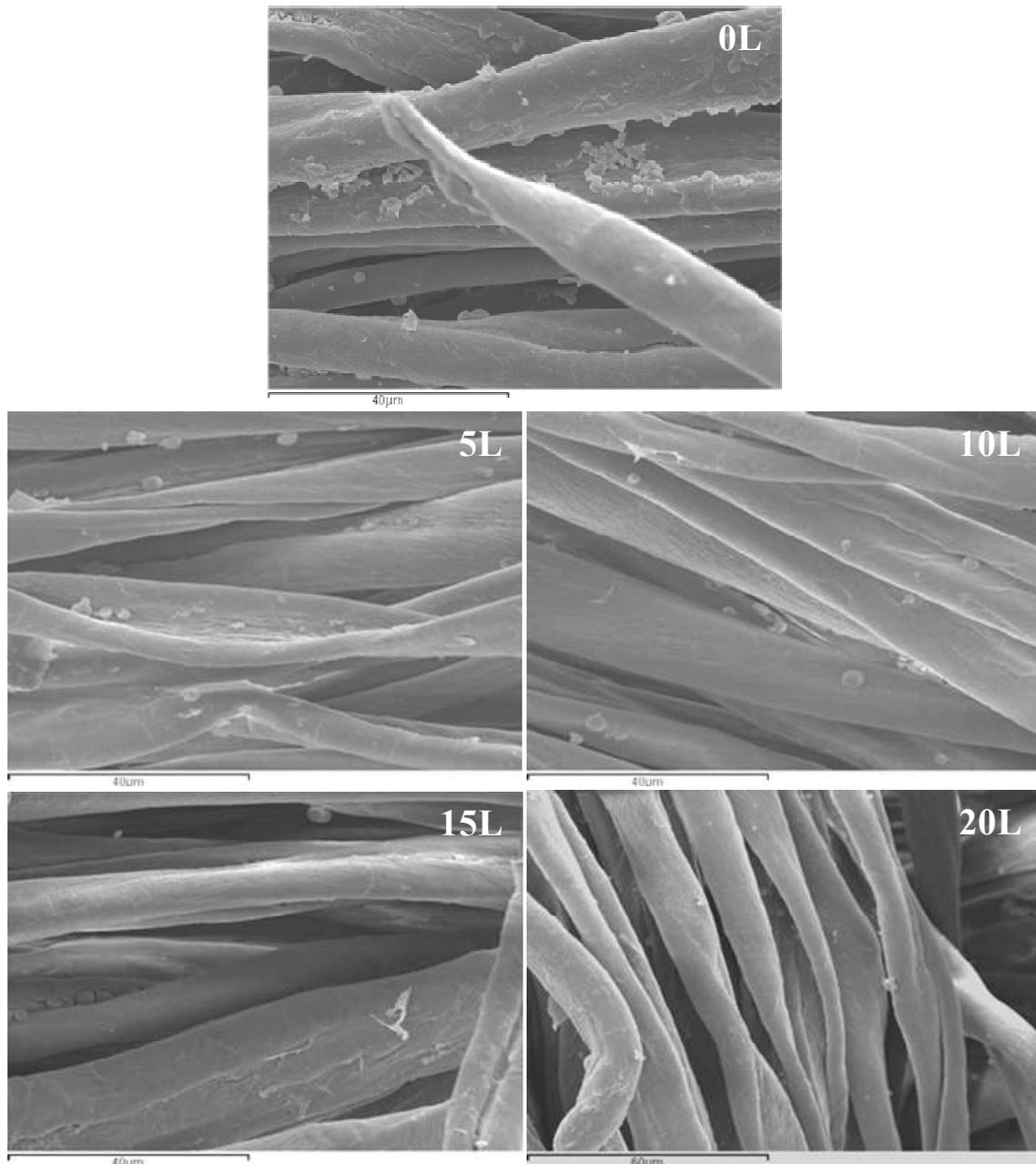


Fig. 4.2.3. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejidos de algodón impregnados con un baño de 60 g/L de producto comercial microencapsulado sin resina 0 g/L, Baño I. Todas las micrografías están realizadas a 2000 aumentos, a excepción de 20L a 1000 aumentos

TEJIDOS DE ALGODÓN – IMPREGNADOS CON EL BAÑO II

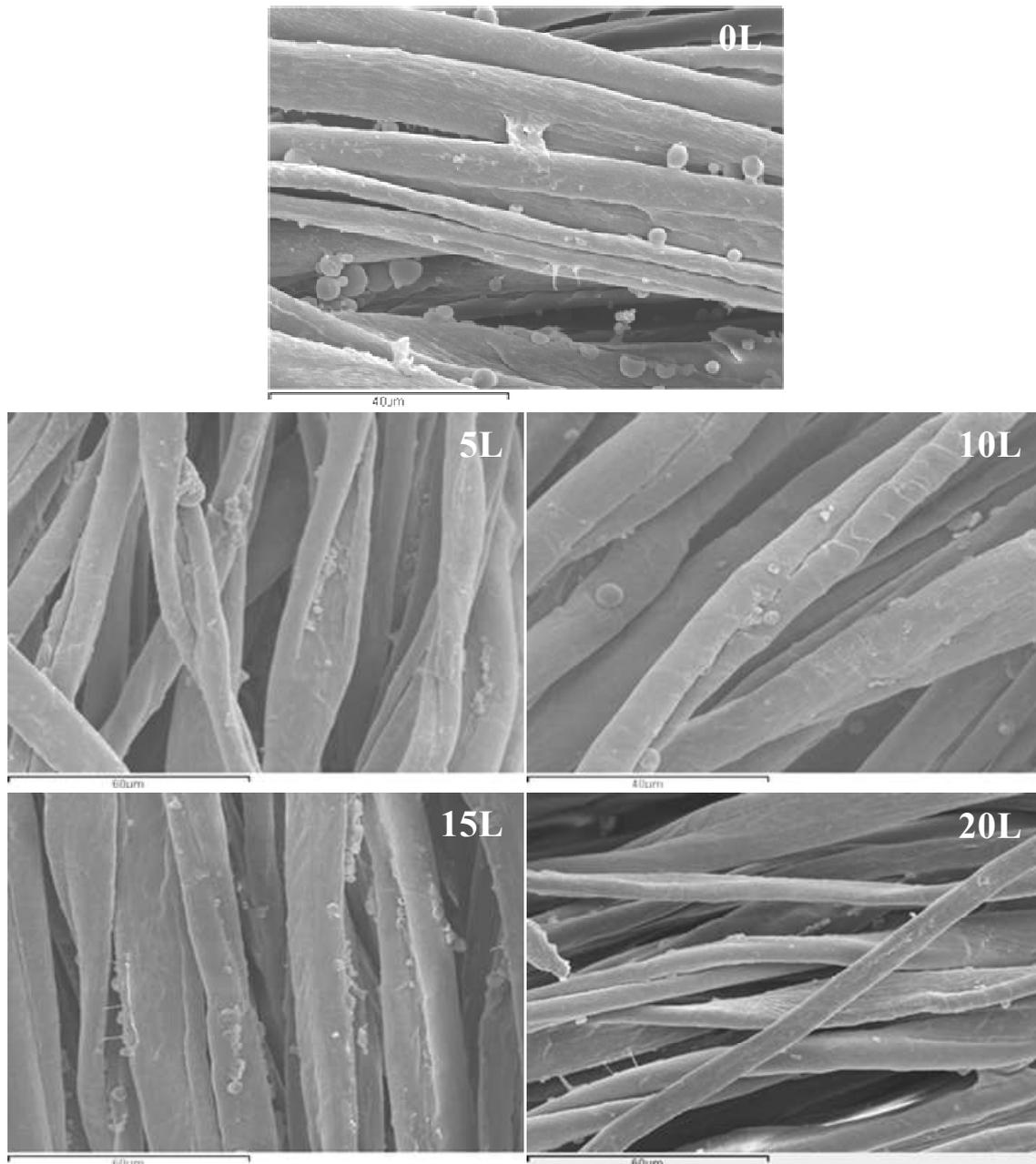


Fig.4.2.4. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejidos de algodón impregnados con un baño de 60 g/L de producto comercial microencapsulado y 5 g/L de resina acrílica, Baño II. Todas las micrografías están realizadas a 1000 aumentos, a excepción 0L y 10L a 2000 aumentos

Durante el transcurso de los lavados se observa en la *figura 4.2.4.*, 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.

TEJIDOS DE ALGODÓN – IMPREGNADOS CON EL BAÑO III

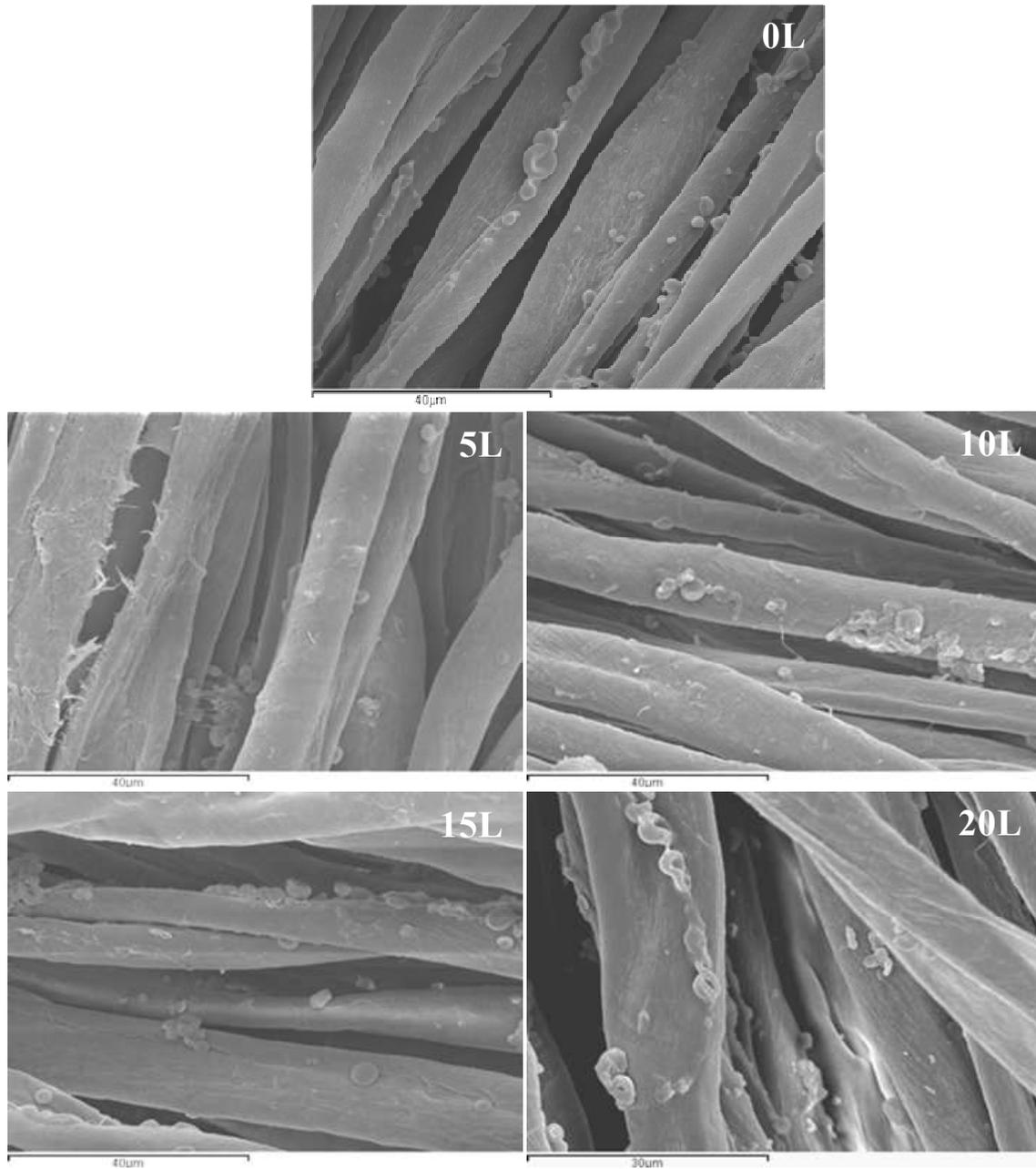


Fig. 4.2.5. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejidos de algodón impregnados con un baño de 60 g/L de producto comercial microencapsulado y 10 g/L de resina acrílica, Baño III. Las micrografías están realizadas a 2000 aumentos

Las micrografías de las *figura 4.2.5.*, muestran 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. Este hecho se corroborará posteriormente al analizar las aguas de lavado mediante el contador de partículas.

Cuando se comparan las imágenes con distintos ciclos de lavado, 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 sin aportar ninguna propiedad al sustrato. Sin embargo, cuando la cantidad de resina es considerable (10 g/L), tras 15 ciclos de lavado, se aprecian todavía microcápsulas sobre el tejido que no han perdido la totalidad del principio activo.

Tal y como se ha demostrado en el apartado anterior (4.2.2.), es posible calcular el número de partículas depositadas sobre los tejidos una vez éstos han sido impregnados; así para los tres baños de productos (Baños I, II y III), utilizando tejidos de algodón de 210 g/m², partiendo de la misma cantidad de producto microencapsulado 60 g/L y variando la concentración de resina, se obtiene:

<i>BAÑOS</i>	<i>Pick – up (%)</i>	<i>Número de partículas (10³) /mL</i>	
		<i>BAÑO INICIAL</i>	<i>Número de partículas (10³) /m²</i>
<i>I - 0 g/L resina</i>	93,09	6.530.700.000	1.276.651.843.495
<i>II - 5 g/L resina</i>	94,16	6.711.850.500	1.327.109.370.780
<i>III - 10 g/L resina</i>	95,72	6.892.999.500	1.385.551.438.774

Tabla 4.2.6. Cantidad de partículas depositadas sobre tejidos de algodón, aplicación Baños I, II y III

Después de cada ciclo de lavado se han recogido las aguas residuales y se ha analizado la cantidad de partículas presentes en las mismas a fin de optimizar la

cantidad de ligante. Los valores acumulados después de 20 ciclos de lavados se muestran en la siguiente tabla:

<i>Partículas</i>	<i>Baños</i>		
	<i>I</i> <i>(0 g/L)</i>	<i>II</i> <i>(5 g/L)</i>	<i>III</i> <i>(10 g/L)</i>
TOTAL ((10³)/mL)	440.592	74.136	33.850

Tabla 4.2.7. Cantidad acumulada de partículas desprendidas después de 20 ciclos de lavado, tejidos de algodón

Las siglas I, II y III corresponden a cada uno de los baños de productos utilizados, donde se varía la concentración de resina 0 g/L, 5 g/L y 10 g/L y se mantiene constante la concentración de producto microencapsulado 60 g/L.

Al comparar los resultados de la *tabla 4.2.7.*, se observa que al no emplear resina (Baño I), se desprenden mayor cantidad de partículas de los tejidos debido a la acción de los lavados, esta cantidad disminuye a medida que se aumenta la concentración de resina en el baño, 5 g/L y 10 g/L respectivamente.

Tras someter a los tejidos a 20 ciclos de lavado, si se comparan los resultados obtenidos entre las *tablas 4.2.6. y 4.2.7.*, pueden observarse diferencias significativas entre los valores obtenidos, así, la diferencia entre los valores de ambas tablas permite determinar que la cantidad de partículas que permanecen sobre los tejidos después de los ciclos de lavado es considerable después de 20 ciclos.

El contador de partículas, permite determinar además de la cantidad de partículas que quedan contenidas en las aguas residuales después de cada ciclo de lavado el radio de las mismas, las representaciones gráficas obtenidas para cada baño son las siguientes:

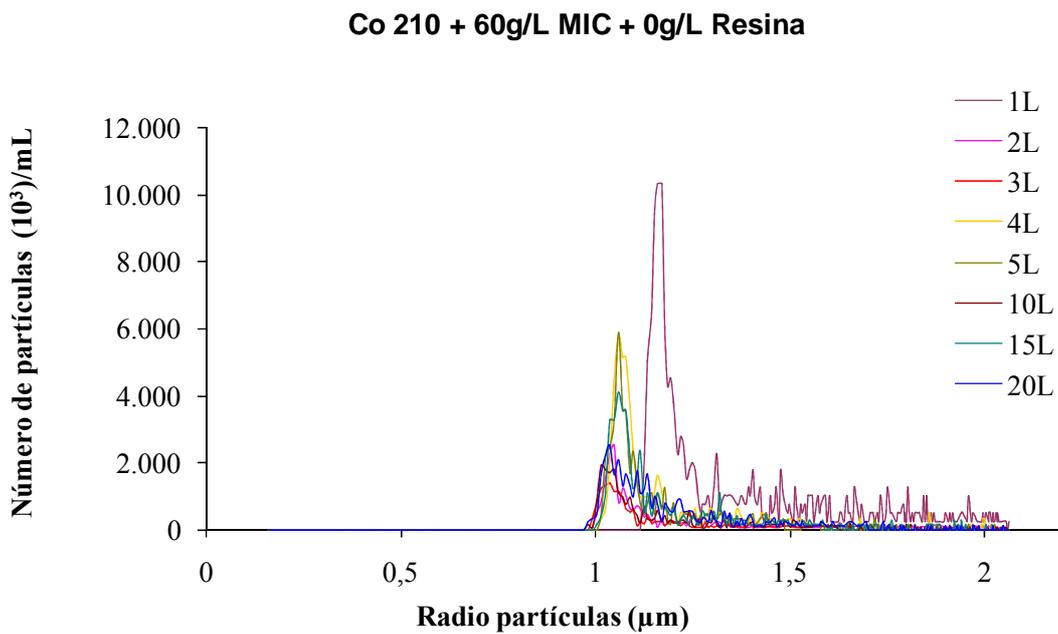


Fig.4.2.6. Representación gráfica del número de partículas en función del radio de las mismas, aguas residuales lavados tejido algodón impregnados con el Baño I

La figura 4.2.6. muestra que es en los primeros ciclos de lavado donde se desprenden mayor cantidad de partículas del tejido de algodón, éstas presentan mayores radios.

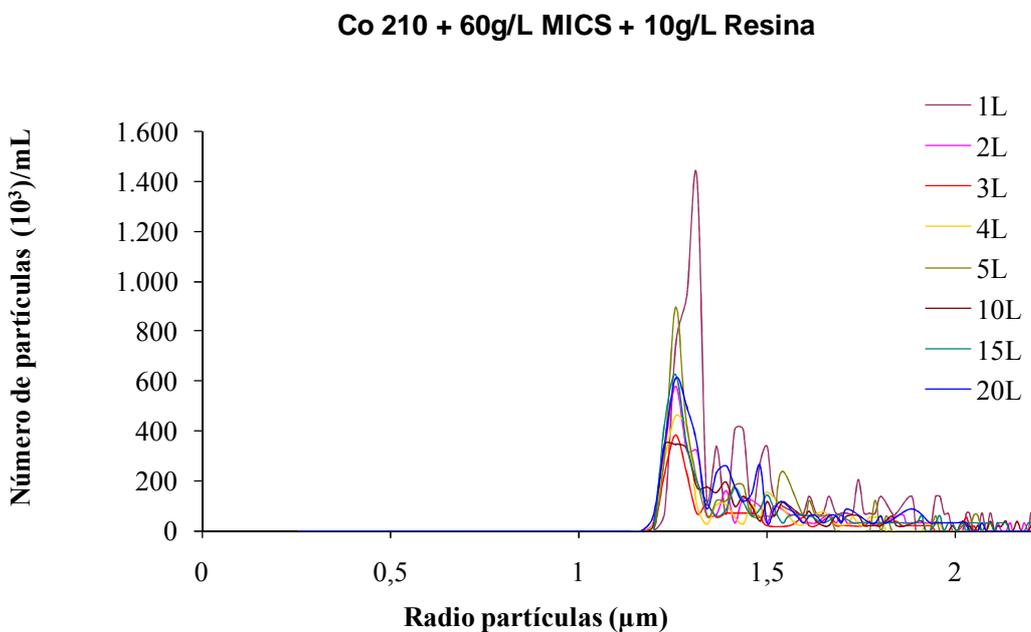


Fig.4.2.7. Representación gráfica del número de partículas en función del radio de las mismas, aguas residuales lavado tejido algodón impregnados con el Baño III

La influencia de la concentración de ligante en la resistencia de las microcápsulas a los lavados sucesivos, queda demostrado en las representaciones, así, si se compara ambas representaciones gráficas, *figura 4.2.6.* (0 g/L de resina) y *figura 4.2.7.* (10 g/L de resina), se observa una gran diferencia en cuanto a los valores de escala del eje de ordenadas que corresponden al número de partículas contenidas en cada baño residual. Cuando se utiliza resina las partículas más pequeñas no salen se quedan adheridas al tejido.

En las dos representaciones gráficas (*figuras 4.2.6.* y *4.2.7.*) se observa que es en los primeros ciclos de lavado donde se desprende mayor cantidad de microcápsulas, éstas suelen ser las de mayores radios, que tienden a desprenderse de los tejidos con mayor facilidad, tal y como se ha observado en las *figuras 4.2.3.* *4.2.4.* y *4.2.5.*, quedando a medida que transcurren los lavados, las de menores radios sobre la superficie de los tejidos.

A continuación se muestra la investigación realizada con el tejido de poliéster de 140 g/m².

En la *figura 4.2.8.*, (*Tejidos de poliéster impregnados con el Baño I*) compuesto por 60 g/L de producto microencapsulado y 0 g/L de resina, al comparar la imagen correspondiente a 0 lavados (0L) con el resto de micrografías después de 5, 10, 15 y 20 ciclos de lavado, se observa como la acción de los lavados afecta a la permanencia y a la estabilidad de los productos comerciales microencapsulados, al igual que ocurría con los tejidos de algodón de 210 g/m² (*figura 4.2.3.*).

TEJIDOS DE POLIÉSTER - IMPREGNADOS CON EL BAÑO I

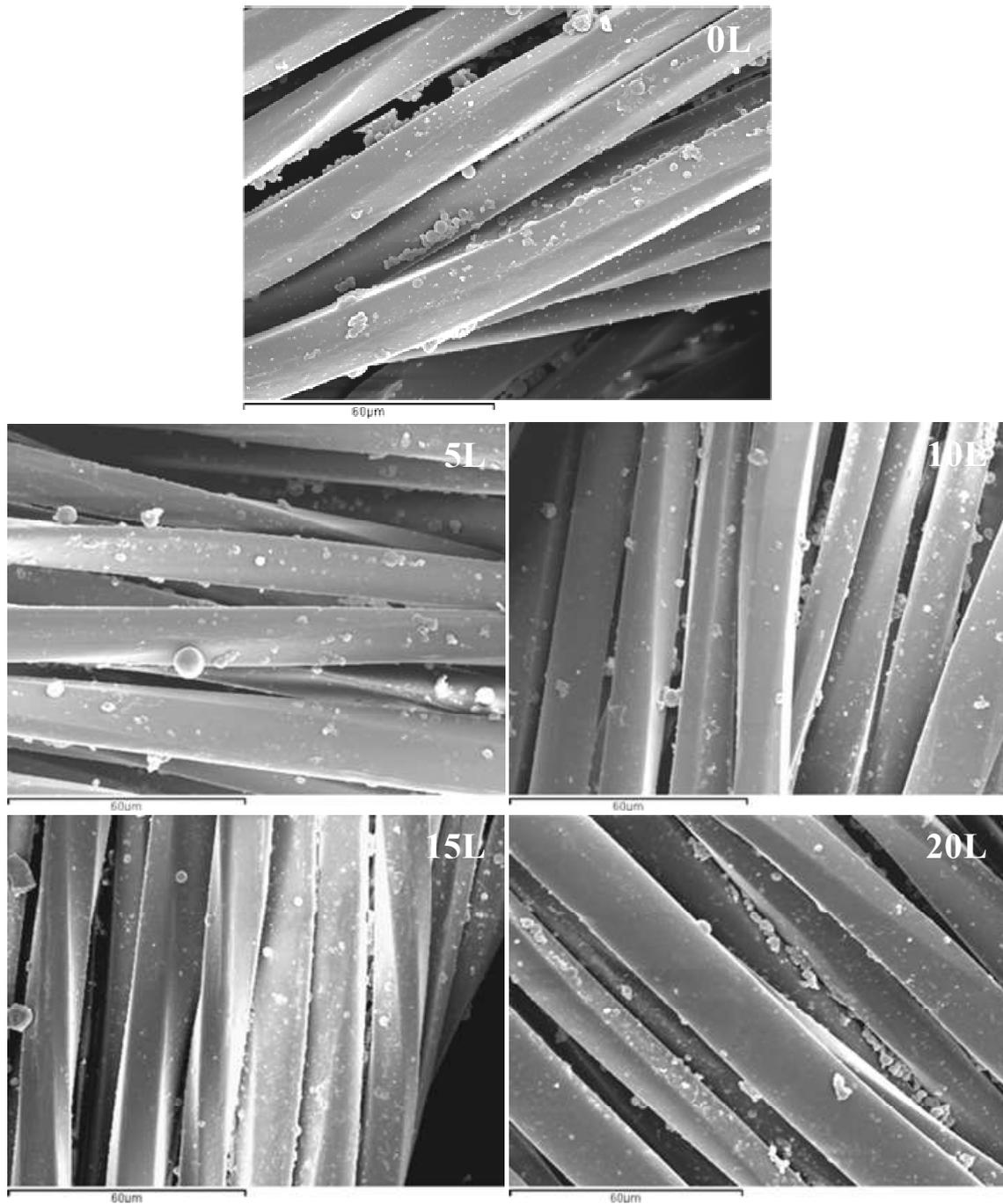


Fig. 4.2.8. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejidos de poliéster impregnados con un baño de 60 g/L de producto comercial microencapsulado sin resina 0 g/L, Baño I. Las micrografías están realizadas a 1000 aumentos

TEJIDOS DE POLIÉSTER - IMPREGNADOS CON EL BAÑO II

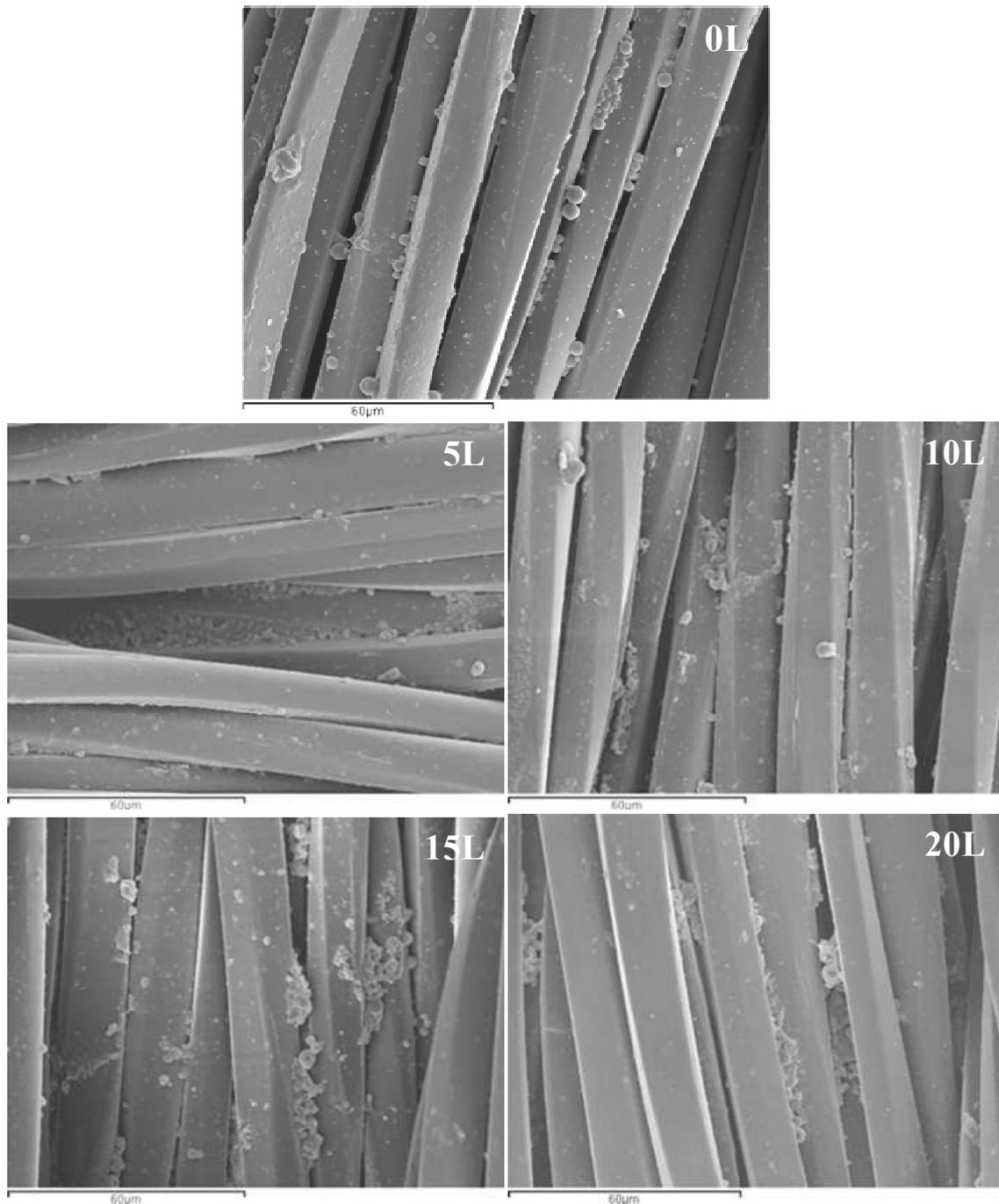


Fig.4.2.9. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejidos de poliéster impregnados con un baño de 60 g/L de producto comercial microencapsulado y 5 g/L de resina acrílica, Baño II. Las micrografías están realizadas a 1000 aumentos

La acción de los lavados sucesivos influye en la permanencia de las microcápsulas sobre los sustratos textiles, al igual que ocurría en los tejidos de algodón

(figura 4.2.4.), Se observa que éstas van perdiendo su forma esférica a medida que transcurren los lavados debido a la pérdida de su principio activo.

TEJIDOS DE POLIÉSTER - IMPREGNADOS CON EL BAÑO III

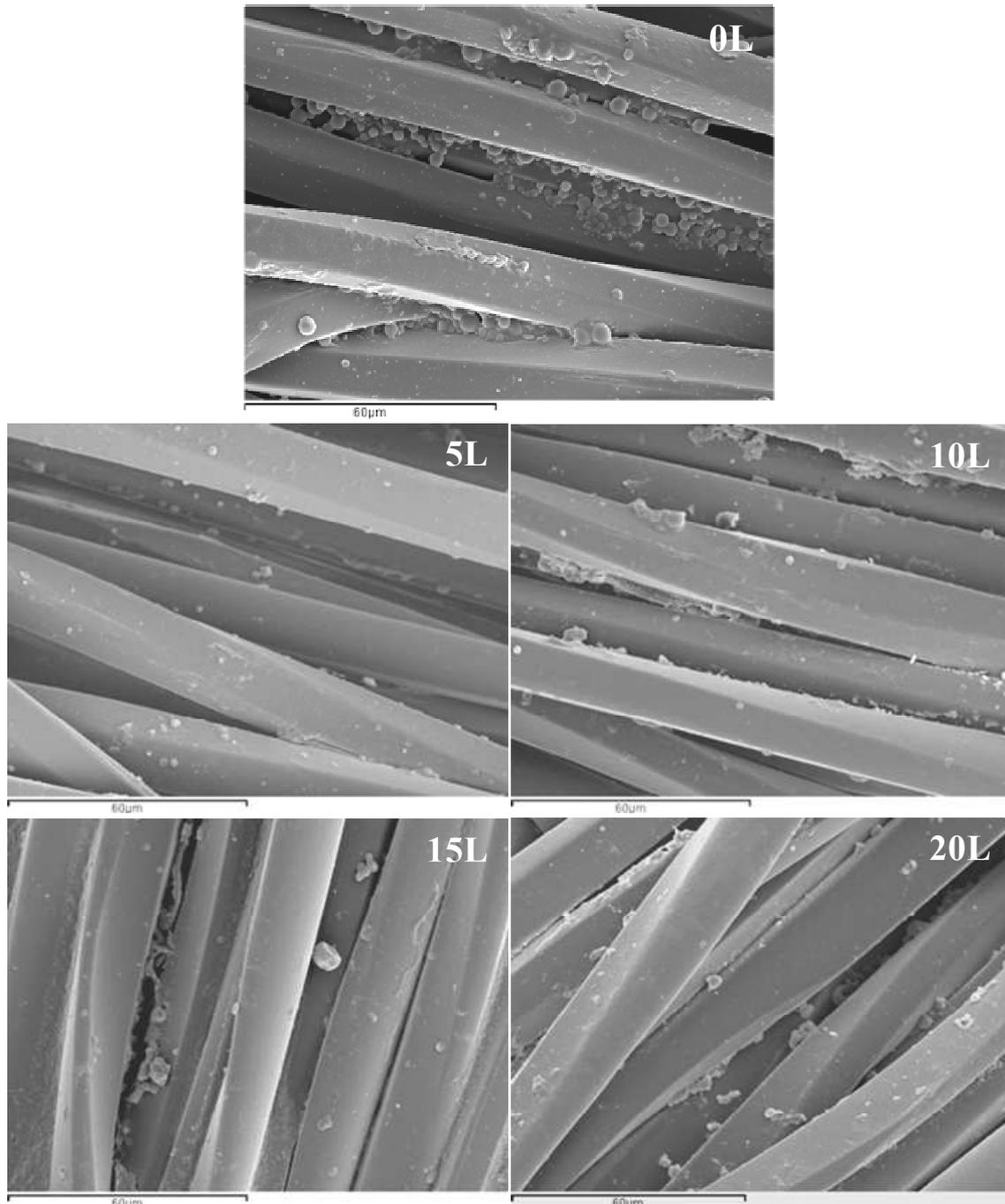


Fig. 4.2.10. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejidos de poliéster impregnados con un baño de 60 g/L de producto comercial microencapsulado y 10 g/L de resina acrílica, Baño III. Las micrografías están realizadas a 1000 aumentos

Al igual que en los tejidos de algodón, es posible calcular el número de partículas depositadas sobre los mismos, así para los tres baños de productos (Baños I, II y III), utilizando tejidos de poliéster de 140 g/m², partiendo de la misma cantidad de producto microencapsulado 60 g/L y variando la concentración de resina, se obtiene:

<i>BAÑOS</i>	<i>Pick – up (%)</i>	<i>Número de partículas (10³)/mL</i>	<i>Número de partículas (10³)/m²</i>
		<i>BAÑO INICIAL</i>	
<i>I - 0 g/L resina</i>	43,28	6.530.700.000	395.672.800.624
<i>II - 5 g/L resina</i>	45,40	6.711.850.500	426.645.910.042
<i>III - 10 g/L resina</i>	52,30	6.892.999.500	504.718.514.746

Tabla 4.2.8. Cantidad de partículas depositadas sobre tejidos de poliéster, aplicación Baños I, II y III

Después de cada ciclo de lavado se han recogido las aguas residuales y se ha analizado la cantidad de partículas presentes en las mismas a fin de optimizar la cantidad de ligante. Los valores acumulados después de 20 ciclos de lavado son los siguientes:

<i>Partículas</i>	<i>Baños</i>		
	<i>I</i>	<i>II</i>	<i>III</i>
	<i>(0 g/L)</i>	<i>(5 g/L)</i>	<i>(10 g/L)</i>
TOTAL ((10³)/mL)	11.570	5.860	4.360

Tabla 4.2.9. Cantidad acumulada de partículas deprendidas después de 20 ciclos de lavado, tejidos de poliéster

Las siglas I, II y III corresponden a cada uno de los baños de productos utilizados, donde se varía la concentración de resina 0 g/L, 5 g/L y 10 g/L y se mantiene constante la concentración de producto microencapsulado 60 g/L.

Si se comparan las *tablas 4.2.8. y 4.2.9.*, se observa que al igual que en los tejidos de algodón (*tablas 4.2.6 y 4.2.7.*), que después de 20 ciclos de lavado, todavía queda elevada cantidad de microcápsulas depositadas sobre los tejidos.

Las representaciones gráficas que a continuación se muestran (*figuras 4.2.11. y 4.2.12.*), representan la relación de partículas contenidas en las aguas de cada ciclo de lavado en función del radio de las mismas, para cada uno de los tejidos de poliéster a los que se les ha aplicado los Baños I y III.

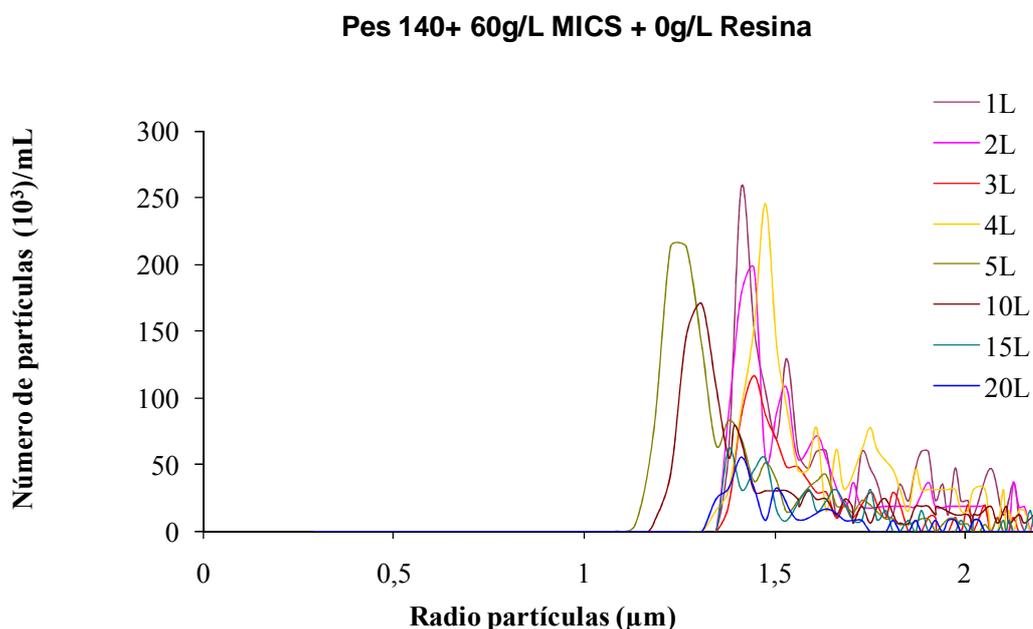


Fig.4.2.11. Representación gráfica del número de partículas en función del radio de las mismas, aguas residuales lavado tejido poliéster impregnado con el Baño I

La *figura 4.2.11.*, muestra que las partículas de mayores radios se desprenden en los primeros ciclos de lavado, tal y como ocurría en los tejidos de algodón (*figura 4.2.6.*).

La acción sucesiva de los lavados influye en la permanencia de las microcápsulas sobre los sustratos textiles, tal y como se ha ido demostrando a lo largo del apartado.

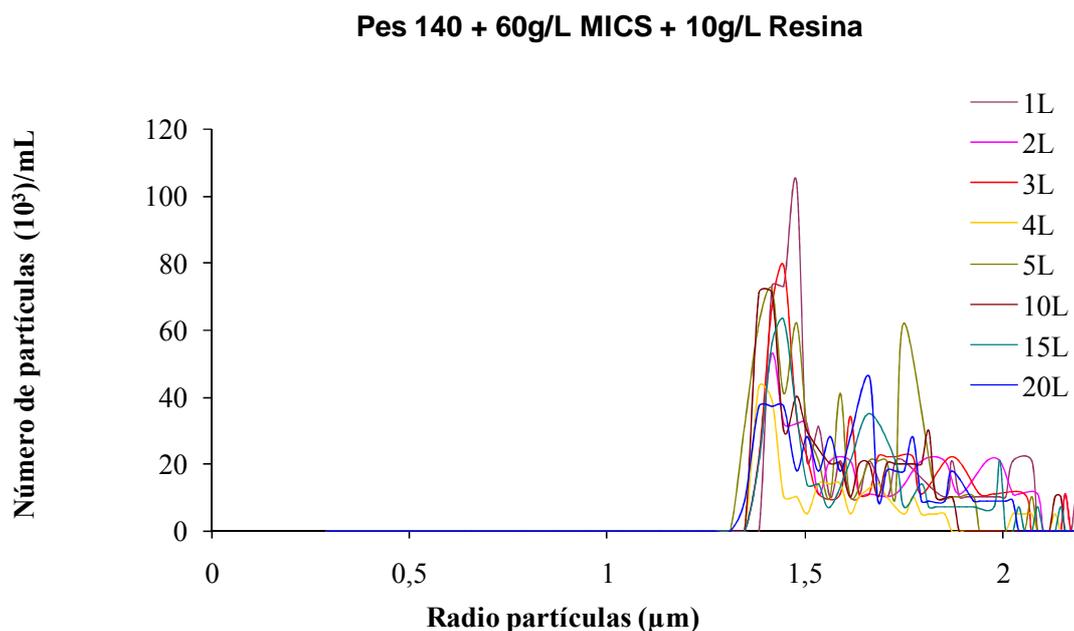


Fig.4.2.12. Representación gráfica del número de partículas en función del radio de las mismas, aguas residuales lavado tejido poliéster impregnado con el Baño III

Al comparar ambas representaciones gráficas, se observan diferencias entre la *figura 4.2.11.* (0g/L de resina) y la *figura 4.2.12.* (10g/L) en cuanto al eje de ordenadas correspondiente al Número de partículas/mL. Al emplear resina, más microcápsulas quedan retenidas en la superficie del tejido, por lo que la cantidad de las mismas en las aguas residuales es menor. Además, las de menor tamaño no salen, se quedan en el tejido.

4.2.3.1. ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO

Este análisis tiene por objeto corroborar la influencia de la concentración de ligante en la resistencia de los productos microencapsulados a los lavados sucesivos. Para su realización, tal y como se explica en el *capítulo 3 (Parte experimental)*, *apartado 3.7.*, no se utiliza ningún método normalizado o técnica, tan sólo se realiza mediante la apreciación por medio del olfato de la presencia del aroma. El análisis ha sido realizado por personas especializadas.

En primer lugar se muestran los resultados obtenidos sobre el tejido de algodón de 210 g/m². El análisis se lleva a cabo después de someter al tejido a 1, 5, 10, 15 y 20 ciclos de lavado, y una vez éste ha sido secado. Los análisis se realizan con los tejidos resultantes de la aplicación de los tres baños de productos, en los que se mantenía constante la concentración del producto microencapsulado, 60 g/L, y se variaba la concentración de resina a 0, 5 y 10 g/L respectivamente.

<i>Baños Resina</i>	<i>Ciclos de Lavado – Tejidos de algodón</i>				
	<i>1L</i>	<i>5L</i>	<i>10L</i>	<i>15L</i>	<i>20L</i>
I – 0 g/L	SI	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE
II – 5 g/L	SI	SI	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE
III – 10 g/L	SI	SI	SI	SI	SI - FROTE

Tabla 4.2.10. Resultados análisis organoléptico sobre tejidos de algodón, después ciclos de lavado

Cuando se indica “SI-FROTE”, significa que el tejido si no se frota no se aprecia el aroma a lavanda.

Los resultados de la *tabla 4.2.10.* muestran diferencias en cuanto al baño de productos empleado, así para el baño que no utiliza resina, Baño I – 0 g/L, para poder apreciar el aroma tras cinco ciclos de lavado es necesario frotar el tejido para provocar la rotura de la membrana de las microcápsulas y de este modo que el aroma se desprenda. A medida que se aumenta la concentración de resina en el baño, Baños II y III (5 y 10 g/L de resina), el aroma se aprecia aunque trascurren más ciclos de lavados sin necesidad de frotar los tejidos. Estos resultados corroboran que 10 g/L de resina es la cantidad óptima de ligante a utilizar.

Seguidamente se muestran los resultados obtenidos sobre el tejido de poliéster de 140 g/m². El análisis se lleva a cabo después de someter al tejido a 1, 5, 10, 15 y 20 ciclos de lavado, y una vez éste ha sido secado. Los análisis se realizan con los tejidos resultantes de la aplicación de los tres baños de productos, en los que se mantenía

constante la concentración del producto microencapsulado, 60 g/L, y se variaba la concentración de resina a 0, 5 y 10 g/L respectivamente.

<i>Baños Resina</i>	<i>Ciclos de Lavado – Tejidos poliéster</i>				
	<i>1L</i>	<i>5L</i>	<i>10L</i>	<i>15L</i>	<i>20L</i>
I – 0 g/L	SI	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE
II – 5 g/L	SI	SI	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE
III – 10 g/L	SI	SI	SI	SI - FROTE	SI - FROTE

Tabla 4.2.11. Resultados análisis organoléptico sobre tejidos de poliéster, después ciclos de lavado

Los resultados de la *tabla 4.2.11.* siguen la misma tendencia que los mostrados en la *tabla 4.2.10.*; en el Baño I – 0 g/L de resina, tras cinco ciclos de lavado es necesario el frote del tejido de poliéster para apreciar el aroma, al aumentar la concentración de resina a 5 y 10 g/L, Baños II y III, el aroma se aprecia durante más ciclos de lavado, siendo a la vista de los resultados de la *tabla 4.2.11.*, 10 g/L la concentración de ligante óptima, corroborando los resultados obtenidos en el *apartado 4.2.3.*

Al comparar ambas tablas, *4.2.10.* y *4.2.11.*, se observa que el tejido de poliéster a 15 ciclos de lavado necesita ser frotado para poder apreciar el aroma (*tabla 4.2.11.*), hecho que no ocurre con el tejido de algodón (*tabla 4.2.10.*), cabe recordar que partimos de tejidos de distinta naturaleza, que presentan distintos porcentajes de impregnación (*tablas 4.2.6.* y *4.2.8.*), y no absorben la misma cantidad de partículas de los baños iniciales de productos.

A la vista de los resultados obtenidos, este análisis permite corroborar que para ambos tejidos, 10 g/L, es la cantidad óptima de ligante a emplear en el baño de productos.

4.2.3.2. CONCLUSIONES PARCIALES

La acción sucesiva de los lavados influye en la permanencia de las microcápsulas sobre los sustratos textiles, tal y como se ha ido demostrando a lo largo del *apartado 4.2.3.*, mediante las imágenes obtenidas por microscopía electrónica, el análisis mediante el contador de partículas y el análisis organoléptico.

Como conclusión de esta parte del estudio se puede indicar que, la cantidad óptima de ligante a emplear es de 10 g/L. Y utilizando más de 10 g/L el tacto del tejido se ve afectado.

4.2.4. COMPORTAMIENTO DEL LIGANTE DURANTE LOS CICLOS DE LAVADO

En el *apartado 4.1. (tabla 4.1.1.)* del presente capítulo, se demuestra que no todos los productos comerciales presentan las mismas características en cuanto al número de partículas, residuo seco, etc. Se ha llegado a la conclusión que la caracterización previa de los mismos es necesaria antes de iniciar las aplicaciones.

Los productos comerciales también tienen su vida útil, es decir, la acción de agentes externos o el uso continuado de los tejidos donde han sido incorporados hace que éstos pierdan su efectividad y con ello su tiempo de vida útil.

Los *apartados 4.2.1.y 4.2.3.* se han centrado en mostrar las investigaciones llevadas a cabo para optimizar la cantidad de ligante a emplear con el fin de conseguir la mayor permanencia de las microcápsulas sobre los sustratos textiles. El presente apartado se centra en estudiar el comportamiento de la resina utilizada como ligante durante los ciclos de lavado a los que se someten los tejidos.

Se han utilizado tejidos de distinta naturaleza y propiedades estructurales y se les han aplicado baños de productos con las mismas cantidades de producto microencapsulado (60 g/L) y ligante (10 g/L). El producto comercial microencapsulado utilizado es el aroma lavanda, conjuntamente con las microcápsulas se ha empleado una resina de dispersión de base acrílica como ligante.

Los tejidos han sido sometidos a diversos ensayos sucesivos de lavado en húmedo, siguiendo la norma *UNE – EN ISO 105-C10 (2008) (Solidez del color al lavado con jabón o con jabón y sosa)*, a fin de determinar la durabilidad de las microcápsulas sobre los mismos y con ello la efectividad de la resina acrílica utilizada como ligante.

Los productos comerciales empleados quedan referenciados como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 2
Resina Center BC	RBC 1

Tabla 4.2.12. Referencias productos comerciales utilizados

Como sustratos textiles se han utilizado:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref. Tejidos</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	
Algodón - Poliéster	115	CALADA	(12) Co - Pes
Algodón - Lino	210	CALADA	(5) Co - Li

Tabla 4.2.13. Características y referencias tejidos utilizados

Para el estudio, se muestra la *figura 4.2.13.* que compara en un mismo gráfico los resultados que se han obtenido al analizar mediante el contador de partículas las aguas de lavado recogidas después de someter a los sustratos textiles de la *tabla 4.2.13.* a 20 ciclos de lavado de forma continuada.

La representación gráfica (*figura 4.2.13.*) muestra que la cantidad de microcápsulas contenidas en las aguas de lavado no sigue una tendencia lineal, es en el primer ciclo de lavado donde mayor número de microcápsulas se desprenden de los tejidos, quedando éstas contenidas en las aguas residuales de lavado. A partir de 10 ciclos de lavado se produce un ligero incremento en los valores de número de partículas

que hasta 20 ciclos de lavado presentan fluctuaciones sin llegar a alcanzar valores estables.

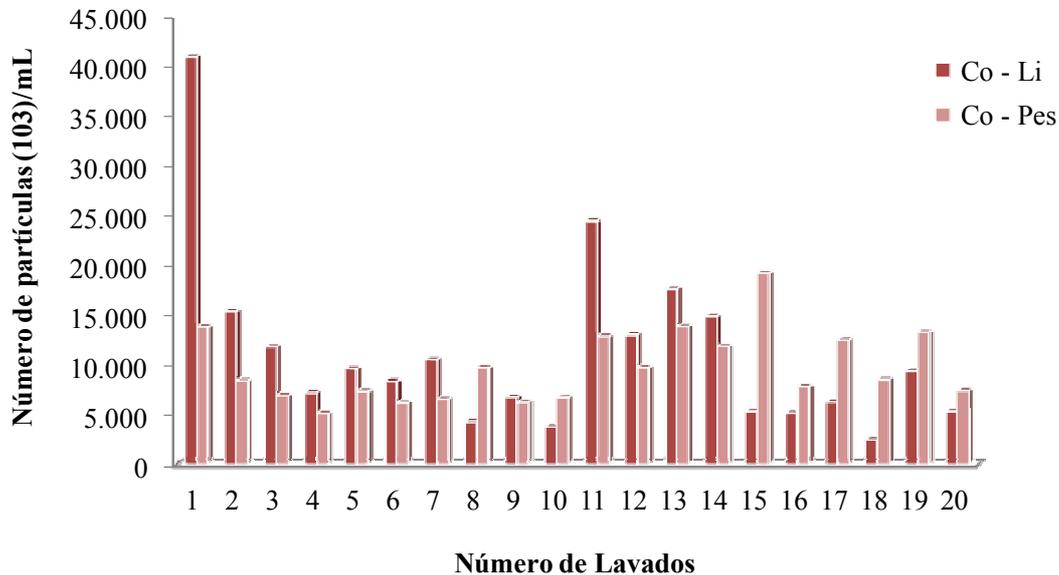


Fig.4.2.13. Representación gráfica del número de partículas, tejidos de diferente naturaleza

Estos valores, a partir de 10 ciclos de lavado, no coinciden con los valores que cabría esperar, es decir, a medida que aumenta el número de ciclos de lavados la cantidad de partículas en las aguas tendría que disminuir o llegar a alcanzar valores estables. Este incremento a partir de 10 ciclos de lavado y las posteriores fluctuaciones en los valores hasta 20 ciclos, se debe a que el producto utilizado como ligante pierde su efectividad por la acción continua de los lavados, por ello, las microcápsulas son más vulnerables a la acción de estos lavados, desprendiéndose con mayor facilidad de los tejidos.

El contador de partículas, tal y como se ha mostrado en el apartado 4.2.3., permite determinar el radio de las partículas contenidas en las aguas residuales, así para los dos tejidos estudiados se obtienen las siguientes representaciones gráficas:

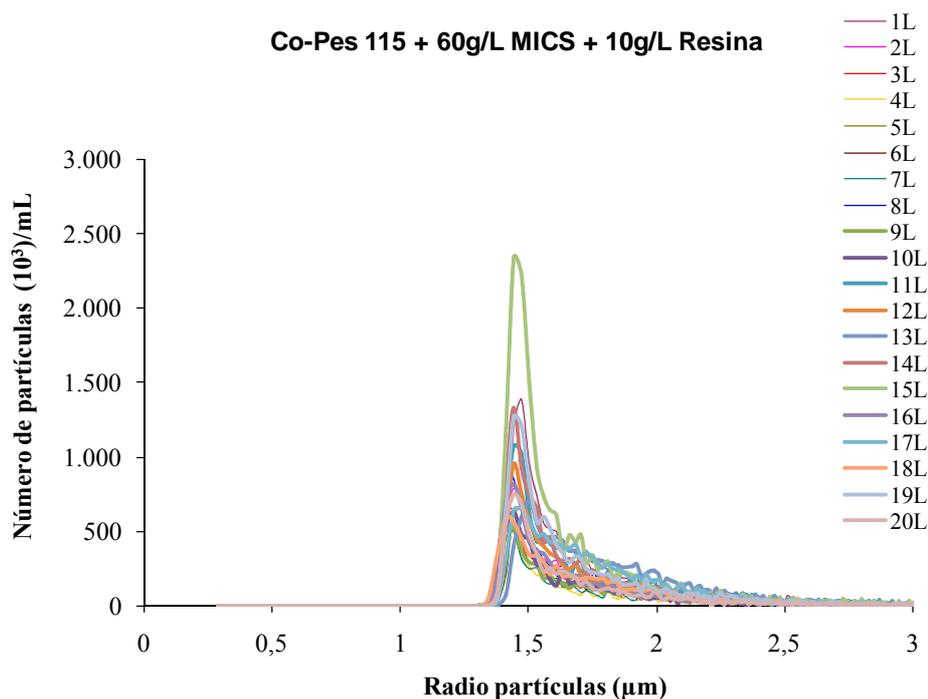


Fig.4.2.14. Representación gráfica del número de partículas en función del radio de las mismas, aguas residuales lavado tejido algodón - poliéster

En los primeros ciclos de lavado (*figura 4.2.14.*) se desprende mayor cantidad de partículas del tejido, y éstas presentan mayores radios.

En la *figura 4.2.15.*, se aprecia con mayor claridad lo demostrado en el *apartado 4.2.3.*, en los primeros ciclos de lavado se desprenden mayor cantidad de microcápsulas, siendo éstas las de mayores radios.

Tal y como se ha demostrado a lo largo de la investigación, los lavados continuados provocan que estas microcápsulas pierdan el principio activo que contienen en su interior (en este caso el aroma), quedándose vacías, por lo que también se podrán desprender del tejido más fácilmente, o por el contrario, se quedará depositada sobre el mismo únicamente la membrana de la microcápsula que ya no contendrá el principio activo.

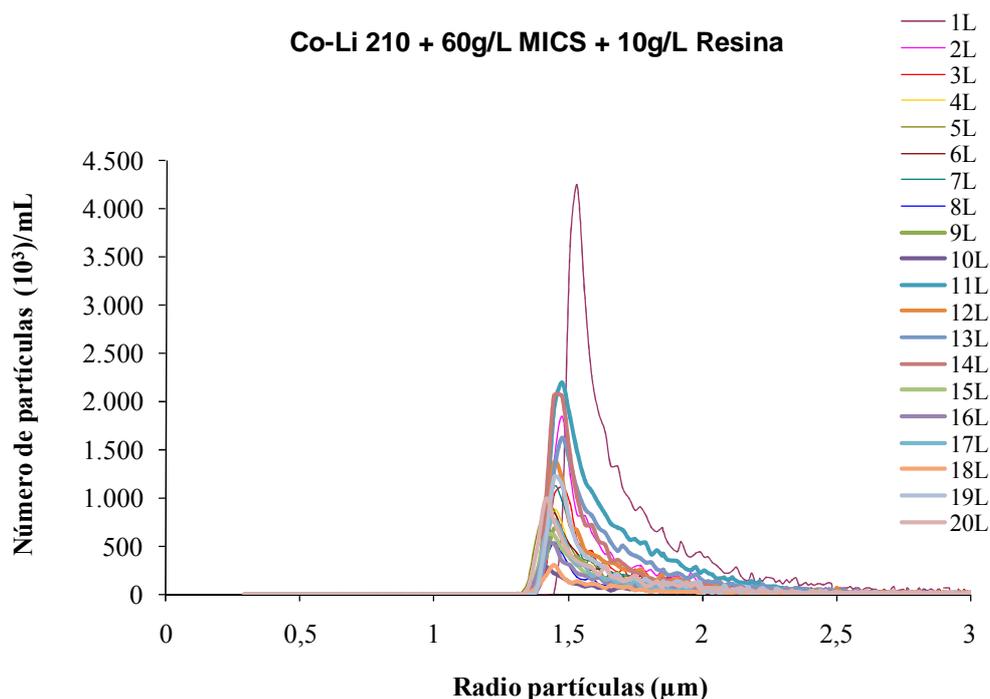


Fig.4.2.15. Representación gráfica del número de partículas en función del radio de las mismas, aguas residuales lavado tejido algodón – lino

Las micrografías que se muestran a continuación (figuras 4.2.16. y 4.2.17.) comparan el estado que presentan los tejidos después de realizar la aplicación (0L) y tras someterlos a 15 ciclos de lavado (15L) de forma continuada, en ambas figuras se observa el estado y el tamaño de las microcápsulas depositadas sobre las fibras de ambos tejidos.

Así para el tejido de algodón-poliéster, la *figura 4.2.16.* muestra como la acción continua de los lavados afecta a la estabilidad de los productos microencapsulados. Así, tras 15 ciclos de lavado apenas se observa presencia de microcápsulas que mantengan su forma esférica entre las fibras que constituyen el tejido.

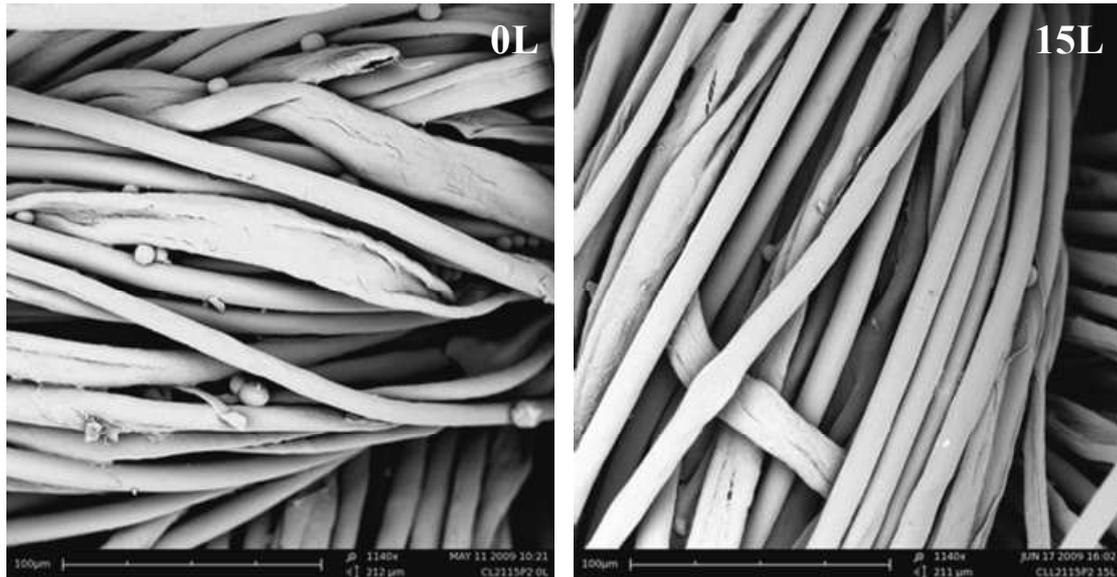


Fig.4.2.16. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejido de algodón-poliéster, Co-Pes. Las micrografías están realizadas a 1140 aumentos

Las figuras 4.2.16. y 4.2.17. corroboran que la acción de los lavados afecta a las microcápsulas, pero también afecta a la resina utilizada como ligante, que tras los ciclos pierde efectividad, y al perder su efectividad ya no retiene del mismo modo a las microcápsulas, por lo que éstas son más vulnerables a la acción de los lavados, y se desprenden del tejido con mayor facilidad.



Fig.4.2.17. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejido de algodón-lino, Co-Li. Las micrografías están realizadas a 1140 y 1180 aumentos

4.2.4.1. CONCLUSIONES PARCIALES

Como conclusión de esta parte de la investigación se corrobora que la acción de los lavados afecta a la estabilidad del producto utilizado como ligante y se destaca la necesidad de emplear ligantes que no pierdan su eficacia ante la acción continúa de los lavados con el fin de conseguir la mayor permanencia y durabilidad de los productos microencapsulados sobre los sustratos textiles.

4.2.5. INFLUENCIA DE LA NATURALEZA DE LAS FIBRAS EN LA DEPOSICIÓN DE PRODUCTOS MICROENCAPSULADOS. FIBRAS FÍLICAS Y FÓBICAS

El presente apartado se centra en mostrar las diferencias entre fibras filicas y fóbicas en cuanto a deposición y permanencia de las microcápsulas.

Durante el proceso de impregnación se ha controlado el porcentaje de impregnación (% pick-up) por diferencia de peso, obteniéndose valores para el algodón del 95,72%, y para el poliéster 52,30%, valores adecuados teniendo en cuenta la naturaleza hidrófila del algodón e hidrófoba del poliéster.

El estudio se realiza con dos tejidos de distinta naturaleza cuyas características son:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	210	CALADA	(3) Co 210
Poliéster	140	CALADA	(9) Pes 140

Tabla 4.2.14. Características y referencias tejidos utilizados

Los tejidos se impregnan con un baño de productos compuesto por 60 g/L de producto microencapsulado y 10 g/L de resina acrílica. Las referencias de los productos comerciales son las siguientes:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 3
Resina Center BC	RBC 1

Tabla 4.2.15. Referencias productos comerciales utilizados

Las diferencias respecto a la posición que ocupan las microcápsulas en función de la naturaleza de los sustratos quedan reflejadas en la *figura 4.2.18*.

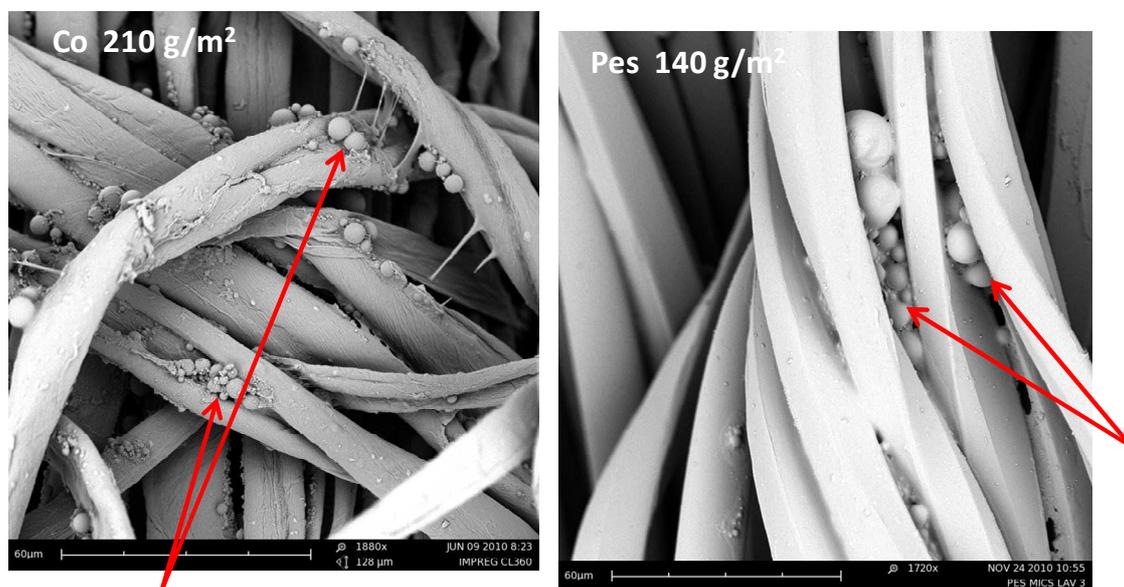


Figura 4.2.18. Situación de las microcápsulas en función de la naturaleza de las fibras que constituyen el tejido. Las micrografías están realizadas a 1880 y 1720 aumentos

En las imágenes (*figura 4.2.18.*) se observa que en función de la naturaleza de las fibras las microcápsulas tienden a situarse en distintas posiciones. En las fibras de algodón las microcápsulas se sitúan en posiciones concretas, de manera preferencial en los surcos que forma la sección transversal arriñonada de las fibras. Para el caso del poliéster, al ser una fibra sintética cuya superficie es lisa las microcápsulas tienden a situarse entre fibras.

El cálculo del número de partículas depositadas sobre los tejidos, también difiere respecto al grado de impregnación:

Referencias Tejidos	Pick – up (%)	Número de partículas (10 ³)/mL	
		BAÑO INICIAL	
			Número de partículas (10 ³)/m ²
Co 210 g/m²	95,72	6.892.999.500	1.385.551.438.774
Pes 140 g/m²	52,30	6.892.999.500	504.718.514.746

Tabla 4.2.16. Cantidad de partículas depositadas sobre tejidos de algodón y poliéster, 60 g/L producto microencapsulado, 10 g/L resina

En los tejidos compuestos por fibras de algodón, se observa (*tabla 4.2.16.*) una mayor deposición de microcápsulas que en los tejidos compuestos por fibras de poliéster. Las diferencias respecto a los grados de impregnación indicados, quedan reflejadas en el número de partículas depositadas en cada tejido en función de su naturaleza, partiendo del mismo número de partículas iniciales.

La acción de los lavados afecta a la permanencia de las microcápsulas, tal y como se ha ido demostrado en apartados anteriores, esta acción afectará en menor medida a las microcápsulas depositadas entre las fibras de algodón ya que al estar situadas en los surcos que forman las secciones de las fibras estarán más protegidas. No ocurrirá lo mismo en las fibras de poliéster, donde las microcápsulas se encuentran situadas entre fibra y fibra y serán más vulnerables a la acción de los lavados.

En la siguiente representación gráfica (*figura 4.2.19.*) se observan las diferencias significativas que existen entre los dos tejidos de diferente naturaleza, algodón y poliéster, en cuanto al número de partículas que se desprenden de los mismos durante los ciclos de lavado.

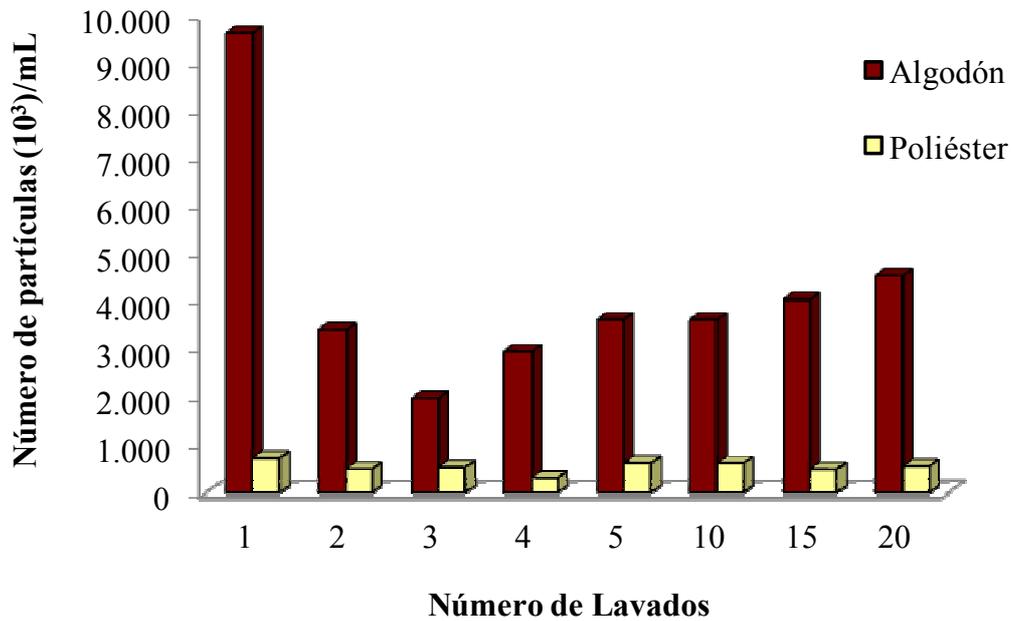


Fig.4.2.19. Representación gráfica del número de partículas en función del número de lavados, tejidos algodón y poliéster

Al depositarse más partículas sobre el tejido de algodón (*tabla 4.2.16.*), las aguas residuales de lavado contendrán mayor cantidad de partículas (*tabla 4.2.17.*), independientemente de que éstas se encuentren en posiciones más protegidas; así para cada uno de los tejidos objeto de estudio la cantidad de partículas acumulada tras 20 ciclos es:

<i>Partículas</i>	<i>Tejidos</i>	
	<i>Co 210</i>	<i>Pes 140</i>
TOTAL ((10³)/mL)	33.850	4.360

Tabla 4.2.17. Cantidad acumulada de partículas desprendidas después de 20 ciclos de lavado, tejidos de distinta naturaleza

4.2.5.1. CONCLUSIONES PARCIALES

A la vista de los resultados obtenidos en el apartado 4.2.5. , *Influencia de la naturaleza de las fibras en la deposición de productos microencapsulados*, se puede concluir que la naturaleza de las fibras (fibras filicas y fóbicas) que constituyen los tejidos influye en la deposición y permanencia de las microcápsulas.

Partiendo de la misma concentración de productos en el baño, en los tejidos compuestos por fibras de algodón (fibras filicas), se produce una mayor deposición de microcápsulas que en los tejidos compuestos por fibras de poliéster (fibras fóbicas). Las diferencias respecto a los grados de impregnación, quedan reflejadas en el número de partículas depositadas en cada tejido en función de su naturaleza, partiendo del mismo número de partículas iniciales.

4.2.6. INFLUENCIA DEL GRAMAJE DEL TEJIDO

Las características estructurales de los tejidos pueden influir en la deposición y permanencia de las microcápsulas sobre los sustratos textiles, por ello, una de las fases que constituyen la investigación se ha centrado en determinar la influencia del gramaje del tejido en la deposición y permanencia de microcápsulas sobre tejidos de algodón.

Para esta fase de la investigación se han empleado tres tejidos de algodón de diferentes gramajes cuyas características son:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	115	CALADA	(1) Co 115
Algodón	210	CALADA	(3) Co 210
Algodón	400	CALADA	(4) Co 400

Tabla 4.2.18. Características y referencias tejidos de algodón

El baño de fulardado se compone de 60 g/L de producto comercial microencapsulado de aroma lavanda y 10 g/L de resina acrílica como ligante. Los productos comerciales empleados quedan referenciados como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 2
Resina Center BC	RBC 1

Tabla 4.2.19. Referencias productos comerciales utilizados

La *figura 4.2.20.* muestra las micrografías de los tres tejidos de algodón utilizados después de aplicarles el baño de productos.

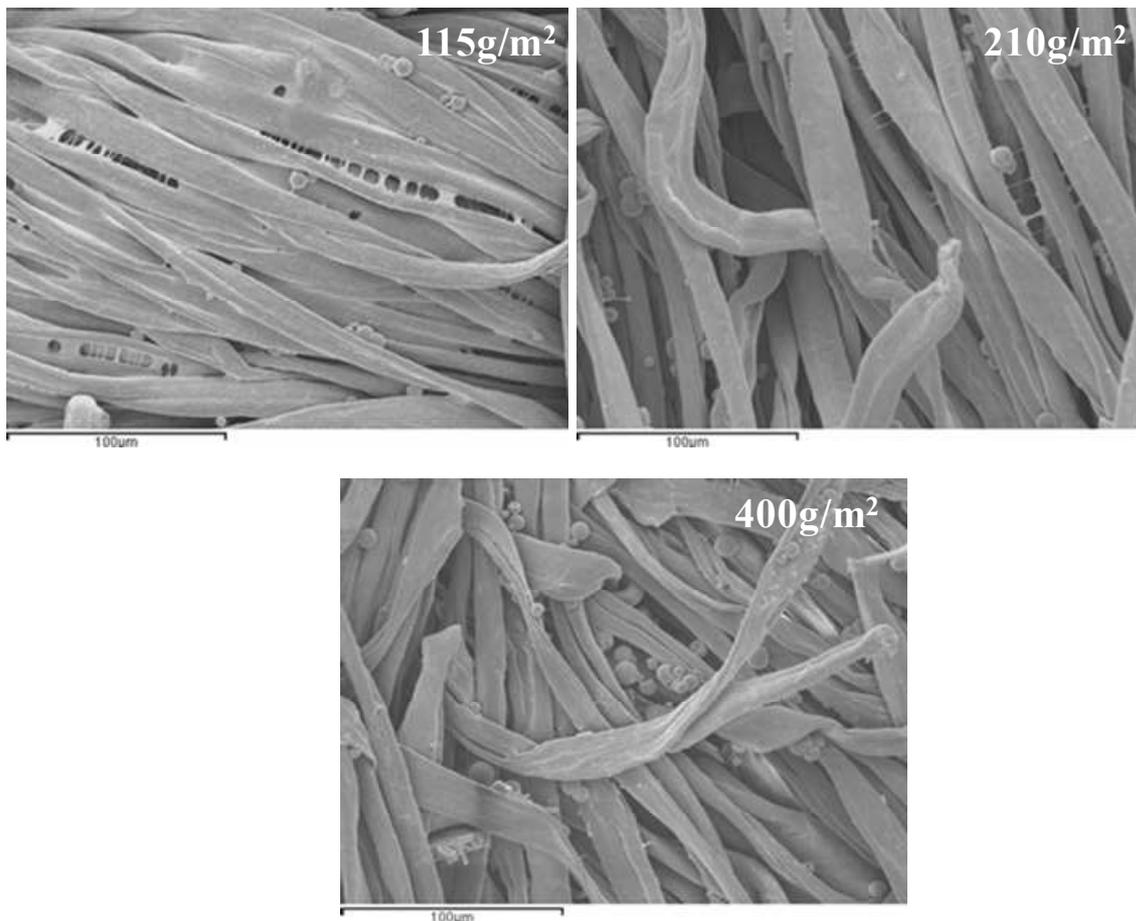


Fig.4.2.20. Tejidos de algodón de diferentes gramajes impregnados con 60 g/L de producto microencapsulado comercial y 10 g/L de resina acrílica. Las micrografías están realizadas a 500 aumentos

En la *figura 4.2.20.* se observa una diferencia significativa en el número de microcápsulas presentes en el tejido en función del gramaje del mismo, a mayor gramaje se observa mayor cantidad de microcápsulas depositadas sobre el tejido. La presencia de resina también es apreciable en mayor o menor medida en función del peso por metro cuadrado de los tejidos, a menor gramaje la presencia de resina es más notoria.

El cálculo del número de partículas teniendo en cuenta el % de impregnación (% de pick-up) de cada uno de los tejidos, es el siguiente:

<i>Referencias Tejidos</i>	<i>Pick – up (%)</i>	<i>Número de partículas (10³)/mL BAÑO INICIAL</i>	<i>Número de partículas (10³)/m²</i>
<i>Co 115 g/m²</i>	78,69	3.231.450.000	292.419.737.705
<i>Co 210 g/m²</i>	94,68	3.231.450.000	642.519.179.468
<i>Co 400 g/m²</i>	95,02	3.231.450.000	1.228.209.516.000

Tabla 4.2.20. Cantidad de partículas depositadas sobre tejidos de algodón, 60 g/L producto microencapsulado y 10 g/L resina

Los resultados obtenidos (*tabla 4.2.20.*) corroboran la información proporcionada por las micrografías (*figura 4.2.20.*), a mayor gramaje del tejido se depositan mayor número de microcápsulas sobre el mismo, teniendo en cuenta que el tejido de mayor gramaje es el que mayor pick-up tiene.

4.2.6.1. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL LAVADO

En la *figura 4.2.21.* se pueden observar la micrografías de los tres tejidos de algodón después de someterlos a la acción de 10 ciclos de lavado de forma continuada, siguiendo la norma *UNE – EN ISO 105-C10 (2008) (Solidez del color al lavado con jabón o con jabón y sosa)*. Tal y como se ha ido demostrando hasta este punto de la

investigación, a medida que aumenta el número de lavados la cantidad de microcápsulas sobre los sustratos es menor, comportamiento que es totalmente lógico.

A través de los sucesivos lavados (*figura 4.2.21.*), se observa que la forma de las microcápsulas ya no es esférica en todas ellas, algunas presentan forma toroide, esto es debido a que liberan parte del principio activo de la fase interna. Respecto al tamaño de las microcápsulas depositadas sobre las fibras, las imágenes no proporcionan suficiente información, el análisis de las aguas de lavado mediante el contador permite obtener información respecto a los radios de las partículas contenidas en dichas aguas.

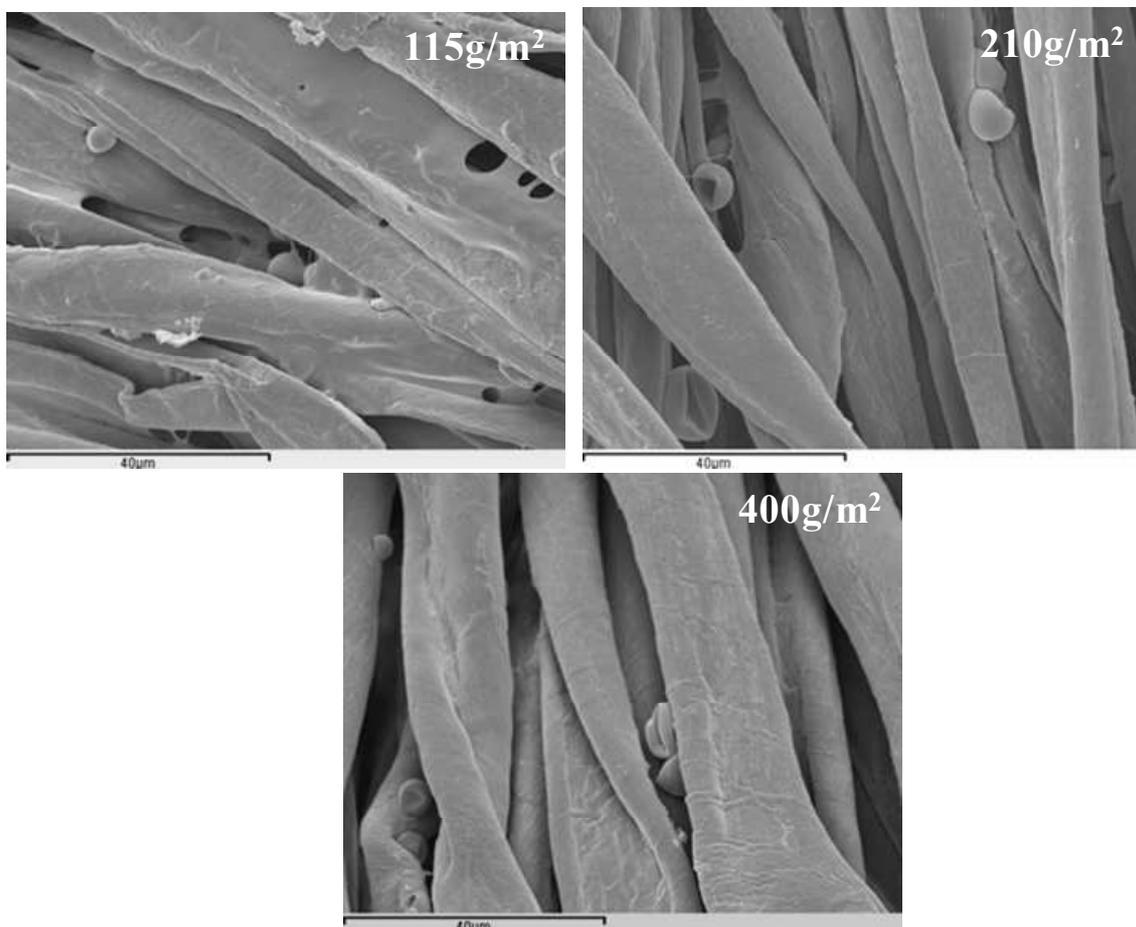


Fig.4.2.21. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejidos de algodón de diferentes gramajes, 10 ciclos de lavado. Las micrografías están realizadas a 2000 aumentos

La figura 4.2.22. muestra los resultados del análisis de las aguas residuales tras someter al tejido de menor gramaje a 20 ciclos de lavado realizados de forma continuada, siendo:

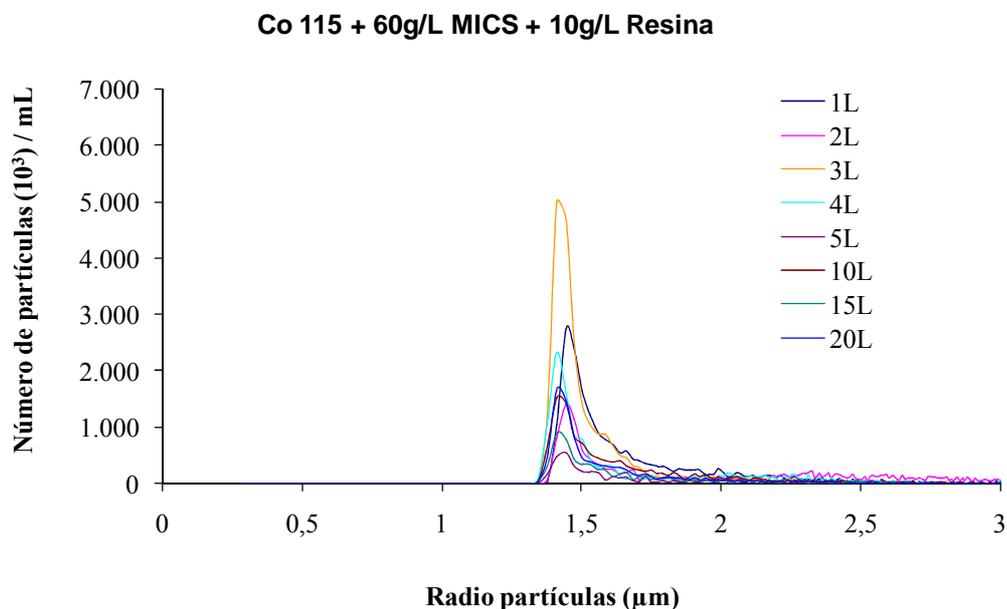


Fig.4.2.22. Representación gráfica del número de partículas en función del radio de las mismas, aguas residuales lavado tejido algodón 115 g/m²

Durante los primeros ciclos de lavado se desprenden las microcápsulas de mayores radios, tal y como se ha ido demostrando a lo largo de la investigación, permaneciendo sobre las fibras las de menores radios.

En las tres representaciones gráficas (*figuras 4.2.22., 4.2.23. y 4.2.24.*), se observa que los datos obtenidos siguen prácticamente la misma tendencia, corroborándose los resultados obtenidos a lo largo de la investigación, es decir, es en los primeros ciclos de lavado donde el número de partículas presentes en las aguas es superior al resto de lavados. La tendencia de los datos obtenidos indica que a medida que aumenta el número de lavados la cantidad de partículas presentes en las aguas es menor.

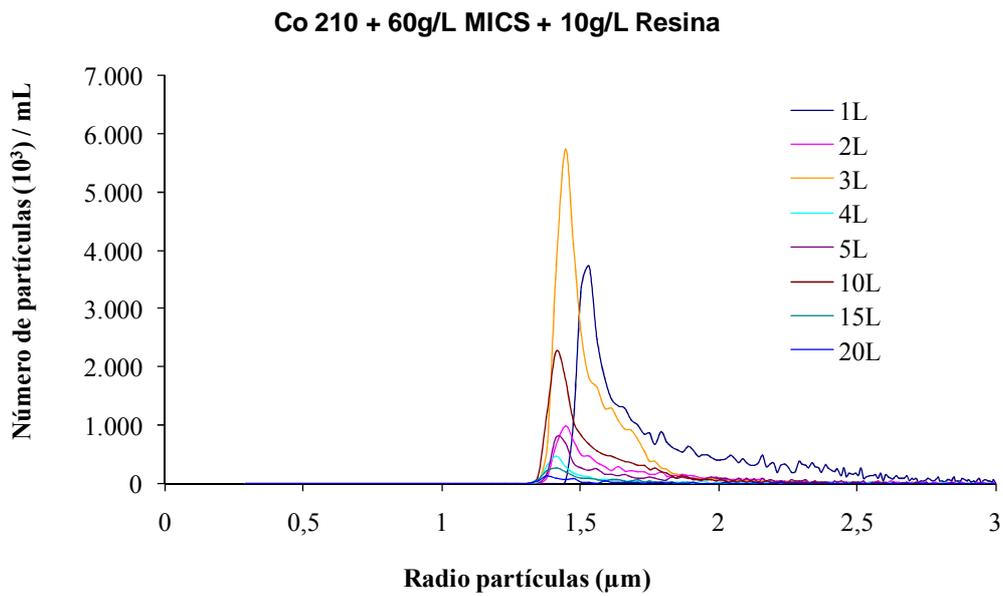


Fig.4.2.23. Representación gráfica del número de partículas en función del radio de las mismas, aguas residuales lavado tejido algodón 210 g/m²

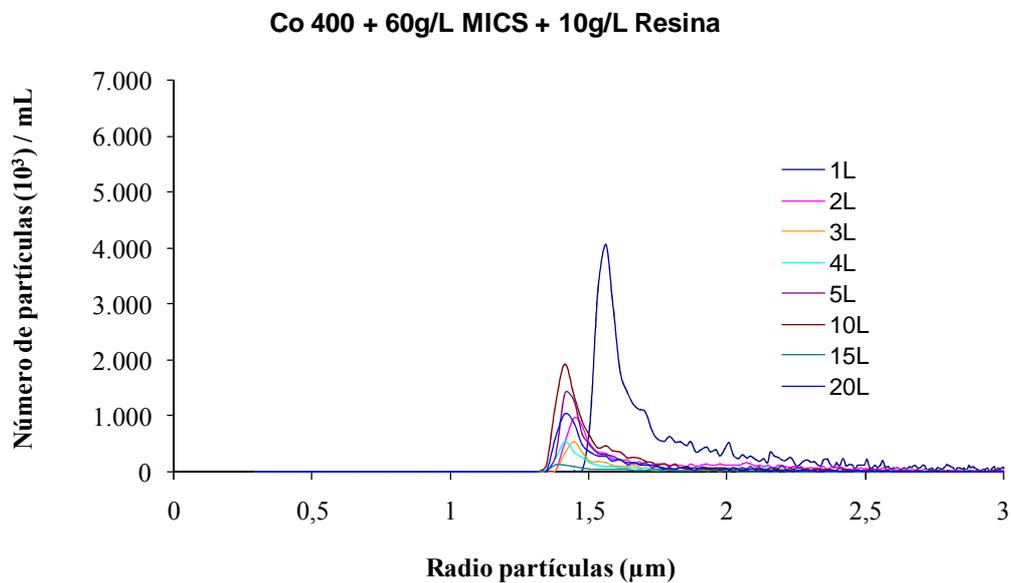


Fig.4.2.24. Representación gráfica del número de partículas en función del radio de las mismas, aguas residuales lavado tejido algodón 400 g/m²

El análisis de las aguas residuales después de someter a los tejidos a 20 ciclos de lavado sucesivos, proporciona la siguiente información

<i>Partículas</i>	<i>Tejidos</i>		
	<i>Co 115</i>	<i>Co 210</i>	<i>Co 400</i>
TOTAL ((10³)/mL)	236.161	199.562	183.827

Tabla 4.2.21. Cantidad acumulada de partículas desprendidas después de 20 ciclos de lavado, tejidos de algodón de diferentes gramajes

Los resultados obtenidos en la *tabla 4.2.21.* permiten observar las diferencias que existen en cuanto al número de partículas acumuladas en las aguas en función del gramaje, se observa que a medida que aumenta el gramaje del tejido la cantidad de partículas acumuladas tras 20 ciclos de lavados es menor.

En el tejido de mayor gramaje, Co 400, se depositan mayor cantidad de partículas (*tabla 4.2.20.*) y lógicamente al existir más partículas la cantidad de las mismas después de 20 ciclos en las aguas tendría que ser superior, este comportamiento (*tabla 4.2.21.*) evidencia que el tejido actúa como filtro, y que a mayor gramaje a las microcápsulas les cuesta más desprenderse del tejido. Este hecho también puede observarse al comparar las figuras 4.2.22, 4.2.23. y 4.2.24., en la *figura 4.2.24.* se observa menor cantidad de partículas y menor dispersión en los valores de los radios de las mismas, que si se compara con las *figuras 4.2.22. y 4.2.23.*

4.2.6.1.1. ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO

Este análisis tiene por objeto corroborar los resultados obtenidos en el apartado anterior, respecto a la influencia del gramaje del tejido en la resistencia de los productos microencapsulados a los lavados sucesivos. Para su realización, tal y como se explica en el *capítulo 3 (Parte experimental), apartado 3.7.*, no se utiliza ningún método normalizado o técnica, tan sólo se realiza mediante la apreciación por medio del olfato de la presencia del aroma. El análisis ha sido realizado por personas especializadas.

El análisis se lleva a cabo después de someter a los tres tejidos de algodón de diferentes gramajes, 115, 210 y 400 g/m², a 1, 5, 10, 15 y 20 ciclos de lavado, y una vez éstos han sido secados. Los análisis se realizan con los tejidos resultantes de la aplicación de un baño de productos compuesto por 60 g/L de producto microencapsulado de aroma lavanda y 10 g/L de resina acrílica como ligante.

<i>Referencias Tejidos</i>	<i>Ciclos de Lavado</i>				
	<i>1L</i>	<i>5L</i>	<i>10L</i>	<i>15L</i>	<i>20L</i>
Co 115	SI	SI	SI	SI - FROTE	SI - FROTE
Co 210	SI	SI	SI	SI	SI - FROTE
Co 400	SI	SI	SI	SI	SI

Tabla 4.2.22. Resultados análisis organoléptico sobre tejidos de algodón, después ciclos de lavado

Cuando se indica “SI-FROTE”, significa que el tejido si no se frota no se aprecia el aroma a lavanda.

Los resultados de la *tabla 4.2.22.* muestran diferencias en los análisis en función del gramaje del tejido, a menor gramaje, 115 g/m², a 15 ciclos de lavado es necesario el frote para poder apreciar el aroma a lavanda, mientras que con gramajes de 210 g/m², el aroma sin necesidad de realizar el frote se aprecia hasta llegar a los 20 ciclos en los que es necesario el frote.

Los resultados del tejido de mayor gramaje, 400 g/m², corroboran las conclusiones a las que se ha llegado en el apartado anterior, *4.2.6.1.*, de modo que a mayor gramaje más cantidad de partículas se depositan en el tejido y más tardan en salir del mismo, por lo que el aroma se aprecia sin necesidad de frotar hasta después de realizar 20 ciclos de lavado.

4.2.6.2. CONCLUSIONES PARCIALES

Respecto a la influencia del gramaje del tejido en la deposición y permanencia de productos microencapsulados, se concluye que cuanto mayor es el gramaje del tejido más cantidad de partículas se depositan sobre el mismo y más tardan en salir cuando éste se somete a ciclos de lavados realizados de forma continuada.

4.2.7. ENSAYOS DE RESISTENCIA DE LOS PRODUCTOS MICROENCAPSULADOS AL LAVADO DOMÉSTICO

El principal objetivo de este apartado de la investigación es determinar la influencia de la acción de los sucesivos *lavados domésticos* en la degradación y permanencia de las microcápsulas sobre diversos sustratos textiles de algodón de diferentes gramajes.

Las muestras, han sido sometidas a la acción de los lavados domésticos sucesivos siguiendo la norma UNE-EN ISO 6330 (2001): *Procedimiento de lavado y secado doméstico para los ensayos textiles*. Se han realizado hasta 10 ciclos de lavado de forma continuada con el fin de estudiar la resistencia a la degradación de las microcápsulas presentes en los tejidos. Se han empleado tres tejidos de algodón de diferentes gramajes, cuyas características estructurales son:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	115	CALADA	(1) Co 115
Algodón	210	CALADA	(3) Co 210
Algodón	400	CALADA	(4) Co 400

Tabla 4.2.23. Características y referencias tejidos de algodón

El baño de fulardado se compone de 60 g/L de producto comercial microencapsulado de aroma lavanda y 10 g/L de resina acrílica como ligante. Las referencias de los productos utilizados son:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 2
Resina Center BC	RBC 1

Tabla 4.2.24. Referencias productos comerciales utilizados

El estudio de las imágenes obtenidas por microscopia electrónica (SEM) (*figuras 4.2.25., 4.2.26. y 4.2.27.*) ha permitido observar la influencia de los procesos de lavado en la permanencia y estabilidad del producto microencapsulado sobre los sustratos textiles.

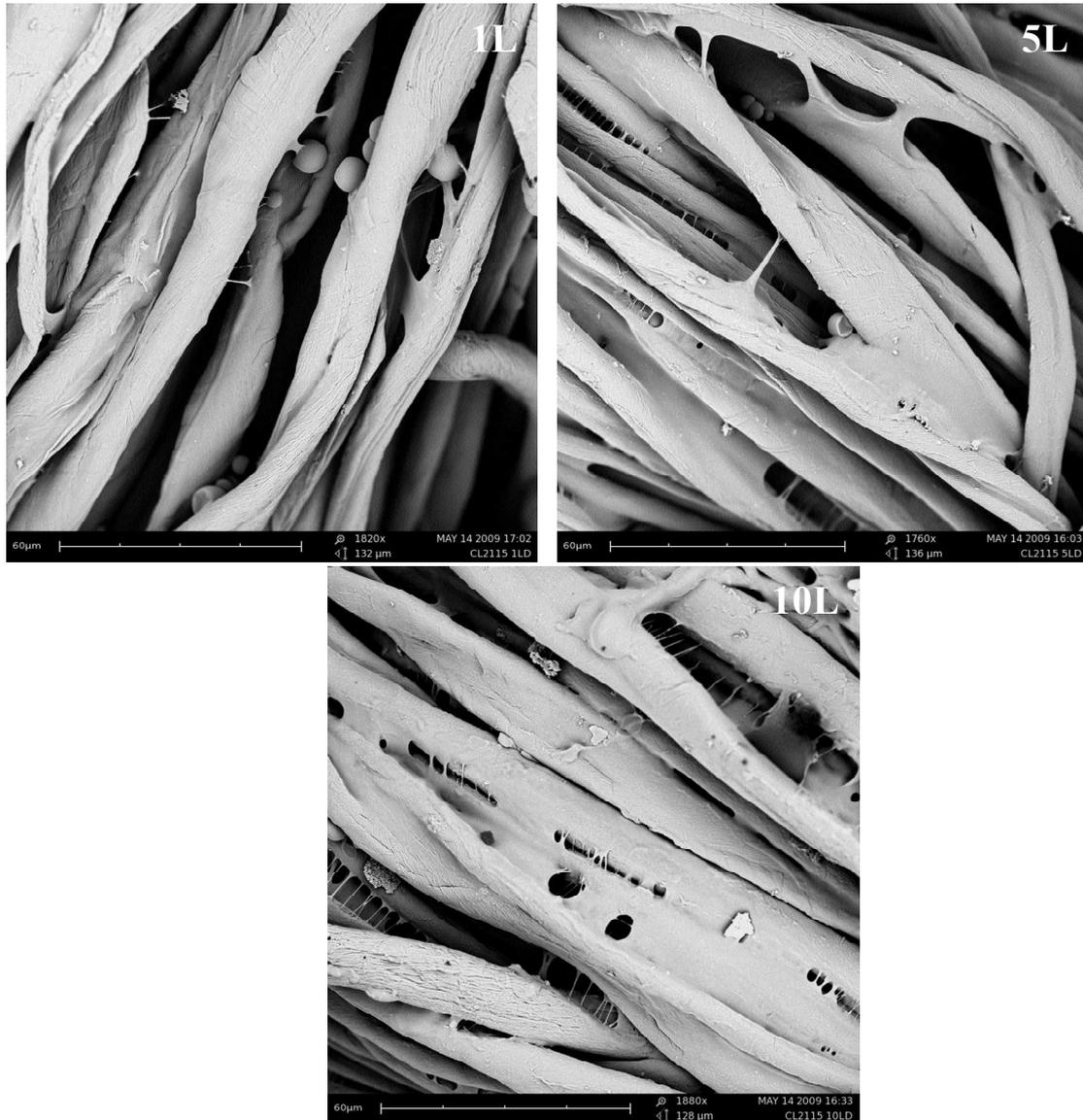


Fig.4.2.25. Influencia del lavado doméstico, tejido de algodón 115g/m². Las micrografías están realizadas a 1820, 1760 y 1880 aumentos

Al igual que ocurría al realizar los ensayos de solidez al lavado (figura 4.2.21., tejido de algodón de 115 g/m²) siguiendo la norma UNE – EN ISO 105-C10 (2008) (Solidez del color al lavado con jabón o con jabón y sosa), la acción del lavado doméstico también provoca la rotura, pérdida de forma esférica y desprendimiento del tejido de las microcápsulas. A 10 lavados, se observa (figura 4.2.25.), presencia de resina entre las fibras del tejido de algodón de menor gramaje.

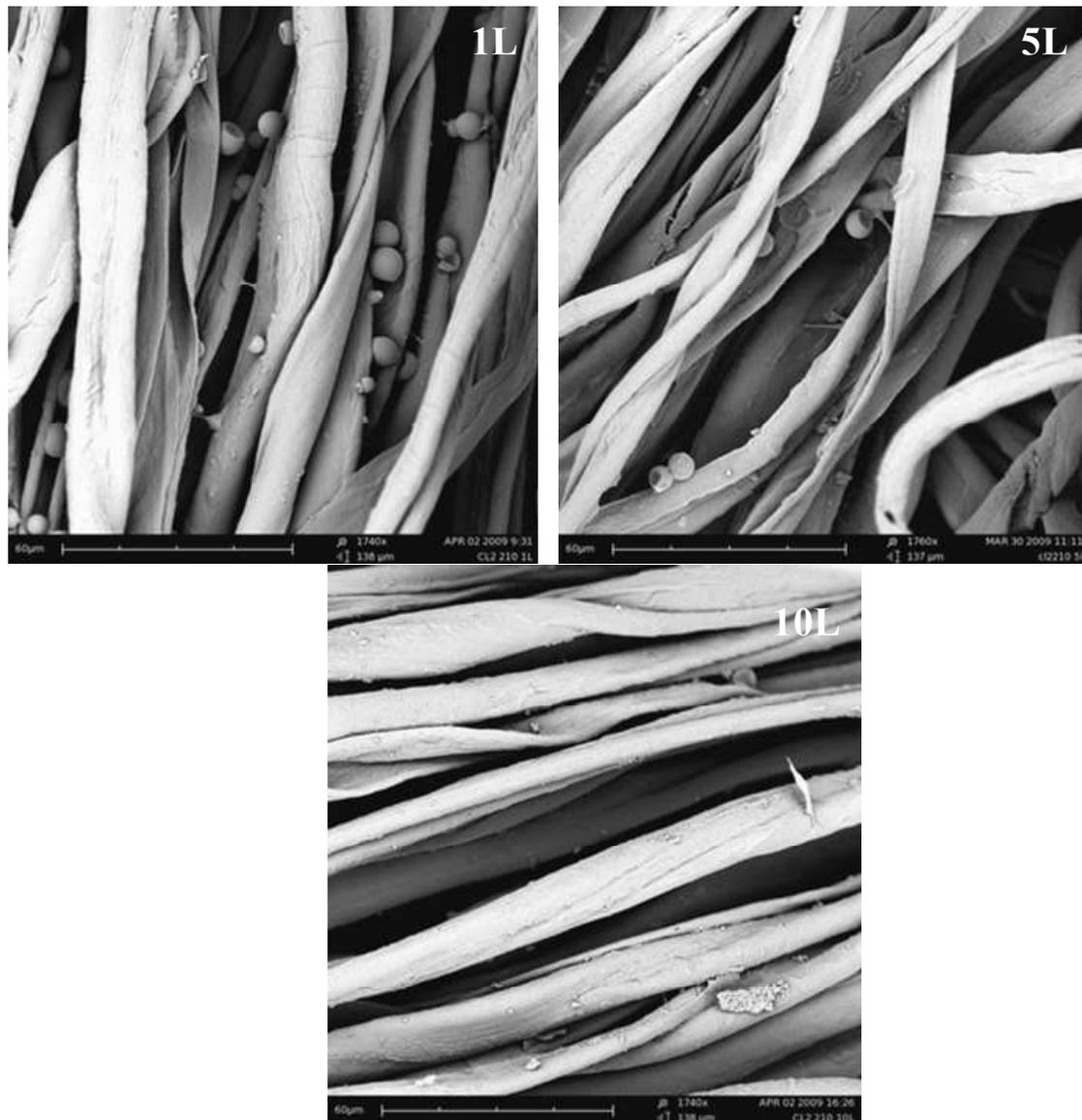


Fig.4.2.26. Influencia del lavado doméstico, tejido de algodón 210 g/m². Las micrografías están realizadas a 1740, 1760 y 1740 aumentos

Durante el transcurso de los lavados, se observa (*figura 4.2.26.*) que el número de microcápsulas presentes entre las fibras de algodón disminuye, después de 10 lavados, prácticamente no se aprecian microcápsulas en las fibras, tan sólo se observan algunas de pequeñísimos diámetros.

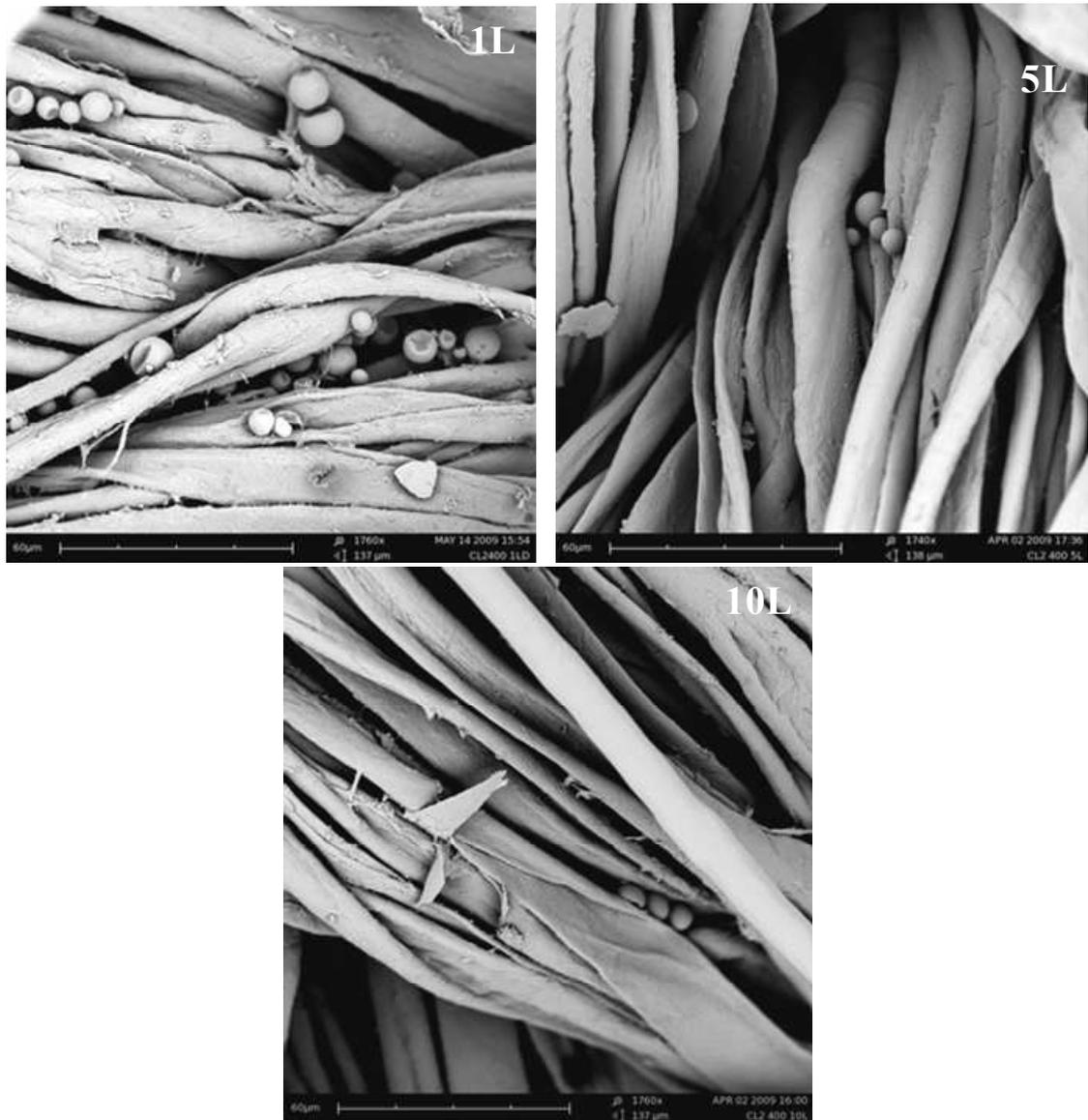


Fig.4.2.27. Influencia del lavado doméstico, tejido de algodón 400 g/m². Las micrografías están realizadas a 1760, 1740 y 1760 aumentos

En el tejido de mayor gramaje, 400g/m², tras 10 ciclos de lavado (figura 4.2.27.) se observan microcápsulas situadas en posiciones reservadas, es decir, en los surcos que forma la sección arriñonada de las fibras de algodón. Tal y como se ha demostrado en el apartado anterior (4.2.6.1.), en el tejido de mayor gramaje se depositan más microcápsulas y más tardan en salir, por lo que se corrobora que el tejido actúa de filtro.

A 10 ciclos de lavado, para los tres tejidos estudiados (figuras 4.2.25, 4.2.26. y 4.2.27.), prácticamente no quedan microcápsulas sobre las fibras de los mismos, cuando

con la norma *UNE-EN ISO 105-C10 (2008)*, (*Solidez del color al lavado con jabón o con jabón y sosa*), se consigue llegar hasta 20 ciclos de lavado.

Las condiciones de este proceso de lavado son más enérgicas si se comparan con las realizadas empleando el Linitest, norma *UNE-EN ISO 105-C10 (2008)*, (*Solidez del color al lavado con jabón o con jabón y sosa*), pero son las que más se asemejan al lavado que realizamos de las prendas en nuestros hogares.

4.2.7.1. ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO

Este análisis permite corroborar que la acción de los lavados domésticos afecta a la permanencia de los productos microencapsulados sobre sustratos textiles. Para su realización, tal y como se explica en el *capítulo 3 (Parte experimental)*, *apartado 3.7.*, no se utiliza ningún método normalizado o técnica, tan sólo se realiza mediante la apreciación por medio del olfato de la presencia del aroma. El análisis ha sido realizado por personas especializadas.

El análisis se lleva a cabo después de someter a los tres tejidos de algodón de diferentes gramajes, 115, 210 y 400 g/m², a 1, 5 y 10 ciclos de lavado domésticos, y una vez éstos han sido secados. Los análisis se realizan con los tejidos resultantes de la aplicación de un baño de productos compuesto por 60 g/L de producto microencapsulado de aroma lavanda y 10 g/L de resina acrílica como ligante.

Los resultados que se obtienen tras realizar el análisis son los siguientes:

<i>Referencias Tejidos</i>	<i>Ciclos de Lavado</i>		
	<i>1L</i>	<i>5L</i>	<i>10L</i>
Co 115	SI	SI - FROTE	SI - FROTE
Co 210	SI	SI - FROTE	SI - FROTE
Co 400	SI	SI	SI - FROTE

Tabla 4.2.25. Resultados análisis organoléptico sobre tejidos de algodón, después ciclos de lavado

Cuando se indica “SI-FROTE”, significa que el tejido si no se frota no se aprecia el aroma a lavanda.

Los resultados de la *tabla 4.2.25.* corroboran que este tipo de lavados afecta en mayor medida la estabilidad y permanencia de los productos microencapsulados, a mayor gramaje del tejido, 400 g/m², a 10 ciclos de lavado es necesario el frote para poder apreciar el aroma.

Al comparar los resultados de este análisis (*tabla 4.2.25.*) realizados según la norma UNE-EN ISO 6330 (2001) (*Procedimiento de lavado y secado doméstico para los ensayos textiles*), con los de la *tabla (4.2.22.)*, análisis de los lavados realizados con el Linitest según la norma *UNE – EN ISO 105-C10 (2008) (Solidez del color al lavado con jabón o con jabón y sosa)*, se observan diferencias significativas.

El estudio comparativo (*tabla 4.2.26.*) permite concluir que los lavados domésticos al realizarse en condiciones más energéticas y en lavadora, repercuten en mayor medida en la estabilidad de los productos microencapsulados que los realizados con el Linitest.

<i>Referencias Tejidos</i>	<i>Ciclos de Lavado - LINITEST</i>		
	<i>1L</i>	<i>5L</i>	<i>10L</i>
Co 115	SI	SI	SI
Co 210	SI	SI	SI
Co 400	SI	SI	SI

<i>Referencias Tejidos</i>	<i>Ciclos de Lavado – LAVADORA</i>		
	<i>1L</i>	<i>5L</i>	<i>10L</i>
Co 115	SI	SI - FROTE	SI - FROTE
Co 210	SI	SI - FROTE	SI - FROTE
Co 400	SI	SI	SI - FROTE

Tabla 4.2.26. Estudio comparativo resultado análisis organoléptico, lavado Linitest y lavado doméstico en lavadora

4.2.7.2. CONCLUSIONES PARCIALES

La acción de los lavados domésticos también afecta a la durabilidad de las microcápsulas sobre los sustratos textiles, por ello, la optimización de baños de productos es necesaria a fin de conseguir artículos textiles con una elevada vida útil.

4.2.8. INFLUENCIA DE LA SECCIÓN TRANSVERSAL DE LAS FIBRAS

El objetivo de este apartado de la investigación es estudiar la influencia de la sección transversal de las fibras en la deposición y permanencia de los productos microencapsulados sobre los sustratos textiles.

Para ello, se han empleado tejidos de calada de poliéster 100%, que presentan distintas secciones transversales y distintas características estructurales que se muestran en la *tabla 4.2.27*.

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>	
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Sección Transversal</i>
(6) Poliéster	99	CIRCULAR
(7) Poliéster	115	RECTANGULAR
(8) Poliéster	126	TETRALOBAL
(10) Poliéster	146	TRILOBAL
(11) Poliéster	150	OCTOLOBAL

Tabla 4.2.27. Referencias tejidos de poliéster distintas secciones transversales

Las imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido (SEM) que permiten conocer cada una de las secciones transversales objeto de estudio se muestran en la siguiente figura (*figura 4.2.28*):

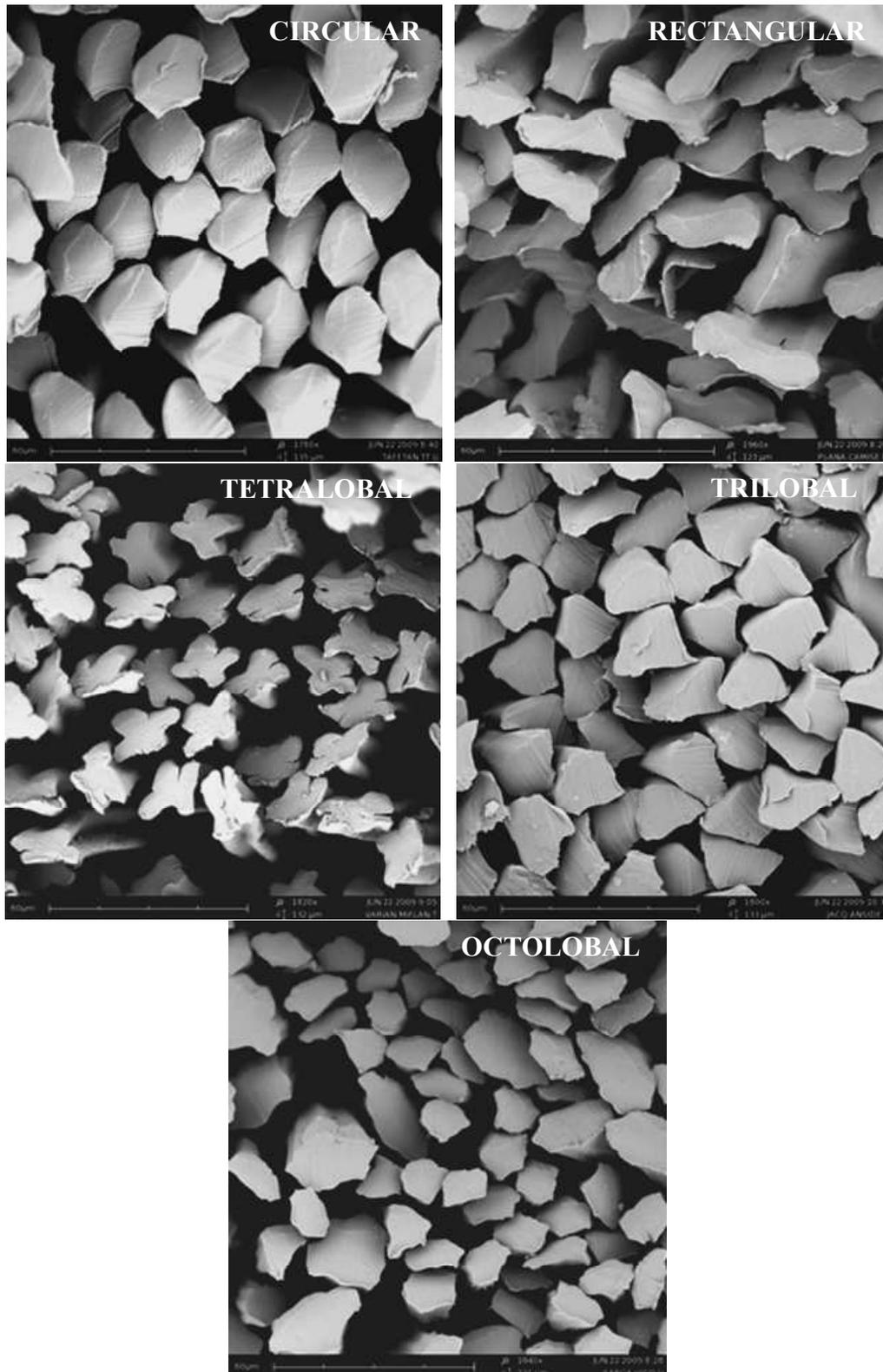


Fig. 4.2.28. Tejidos de poliéster con distintas secciones transversales. Las micrografías están realizadas a 1760, 1820, 1800 y 1840 aumentos

Los tejidos objeto de estudio (*tabla 4.2.27.*) han sido impregnados con una concentración de 60 g/L de producto microencapsulado de aroma lavanda y 10 g/L de resina de dispersión de base acrílica como ligante, quedando las microcápsulas depositadas entre las fibras de los tejidos tal y como se muestran en la *figura 4.2.29.*

Los productos comerciales empleados quedan referenciados como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 2
Resina Center BC	RBC 1

Tabla 4.2.28. Referencias productos comerciales utilizados

Las micrografías obtenidas por microscopía electrónica (*figura 4.2.29.*) proporcionan información de la posición y estado de las microcápsulas una vez han sido aplicadas sobre los tejidos de poliéster. Puede observarse que la forma de la sección transversal influye en el lugar de deposición de las microcápsulas. Estas diferencias en cuanto a la situación de las microcápsulas se verán reflejadas cuando los tejidos se sometán a ensayos de resistencia al lavado, tal y como se verá posteriormente.

En el tejido formado por hilos de poliéster con secciones transversales circulares, las microcápsulas tienden a situarse preferencialmente entre fibras, y ocasionalmente sobre la superficie de las mismas. Por el contrario, aquellos tejidos que presentan secciones transversales rectangulares, trilobales tetralobales, octolobales, las microcápsulas se sitúan entre los huecos y surcos que forman las secciones. Este hecho de que se sitúen en estas posiciones viene condicionado por el tamaño de las microcápsulas. Así, por ejemplo cuando se analiza la sección tetralobal podemos apreciar que en los surcos de menor tamaño se sitúan las microcápsulas más pequeñas y que las de mayores radios no son capaces de penetrar y acoplarse perfectamente en la cavidad y se distribuyen también entre las fibras. Las microcápsulas alojadas en las cavidades estarán más protegidas, es decir, más resguardadas frente a la acción de agentes externos, como puede ser el roce, abrasión, procesos de lavado, etc.

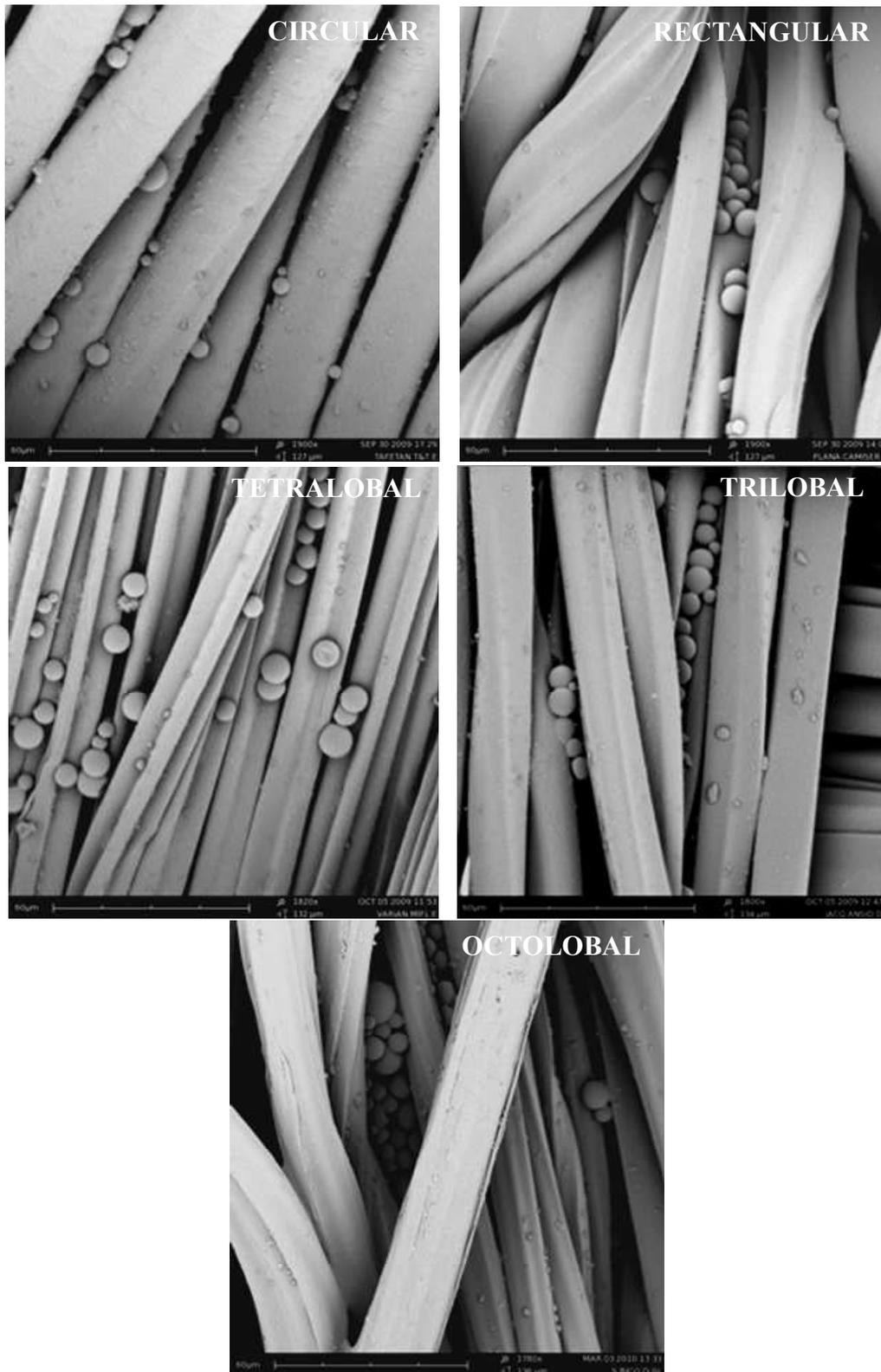


Fig.4.2.29. Tejidos de poliéster de distintas secciones transversales impregnados con 60 g/L de producto comercial microencapsulado y 10 g/L de resina acrílica. Las micrografías están realizadas a 1900, 1820, 1800 y 1780 aumentos

Las microcápsulas que se sitúan sobre las fibras de sección circular, estarán menos protegidas, por lo que resistirán menos la acción de agentes externos. Este hecho también se ha demostrado en el *apartado 4.2.5. (fibras filicas y fóbicas)* al comparar tejidos de algodón con tejidos de poliéster. Las microcápsulas tendían a situarse entre los surcos que forma la sección arriñonada de las fibras de algodón, con lo que resistían más a la acción de los lavados que en los tejidos de poliéster que se situaban entre fibras.

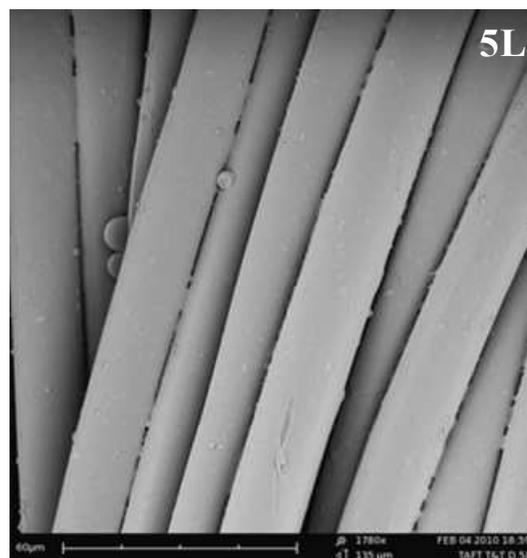
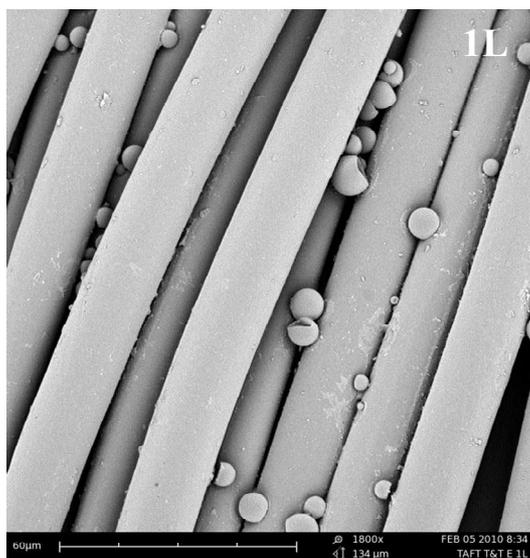
Este aspecto puede ser una ventaja a la hora de considerar las agresiones externas ejercidas durante el mantenimiento, y un inconveniente a la hora de liberar el principio activo por uso. Ensayos realizados sobre muestras con más de 20 lavados demuestran que el frote permite liberar el aroma.

4.2.8.1. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL LAVADO

Los tejidos de poliéster objeto de estudio son sometidos a ensayos de resistencia al lavado durante 5 ciclos de lavado sucesivos siguiendo la norma *UNE – EN ISO 105-C10 (2008) (Solidez del color al lavado con jabón o con jabón y sosa)*. Las micrografías obtenidas (*figura 4.2.30.*) tras 1 y 5 ciclos de lavado, permiten observar una disminución en la cantidad de microcápsulas depositadas entre las fibras de dichos tejidos, así como una pérdida prematura de su principio activo quedando únicamente la membrana sobre las fibras del tejido.

El estudio se ha llevado a cabo hasta los 5 ciclos de lavado, ya que se observó al frotar algunas de las muestras de tejidos después de los cinco ciclos, que no desprendía aroma o era difícil apreciarlo, además de la información proporcionada por las micrografías después de los ciclos, en las que se observaba que prácticamente no quedaban microcápsulas sobre los tejidos que presentaran forma esférica.

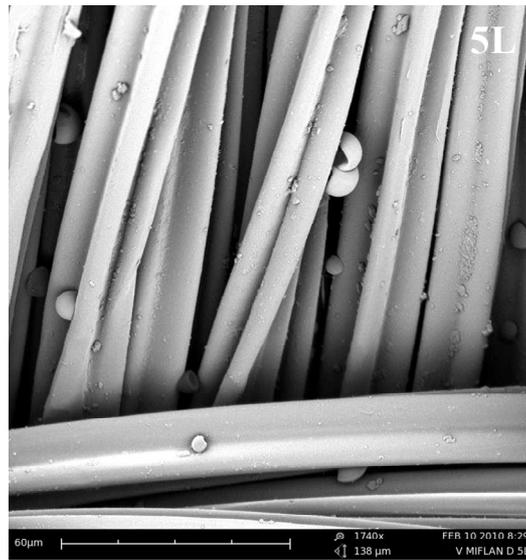
SECCIÓN CIRCULAR



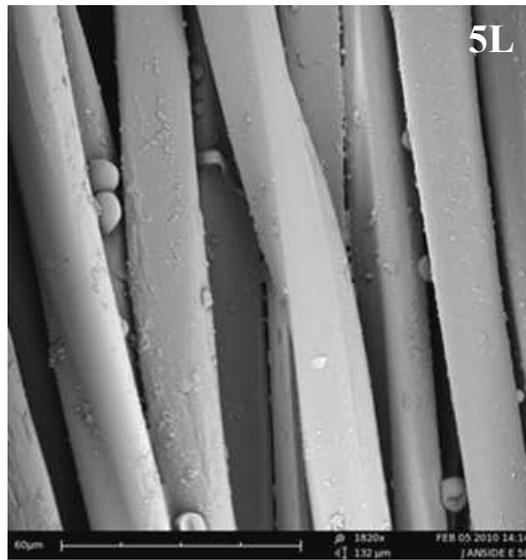
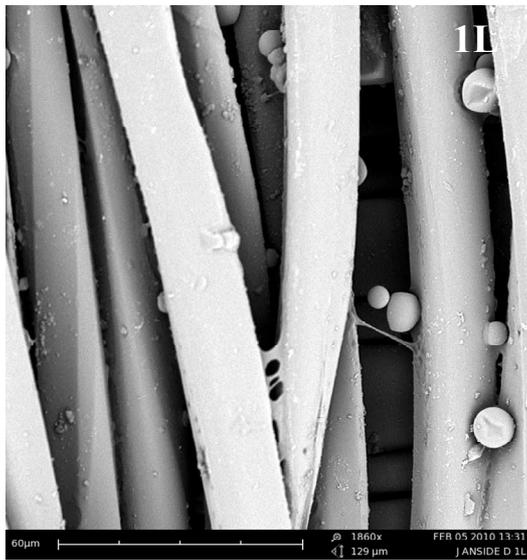
SECCIÓN RECTANGULAR



SECCIÓN TETRALOBAL



SECCIÓN TRILOBAL



SECCIÓN OCTOLOBAL

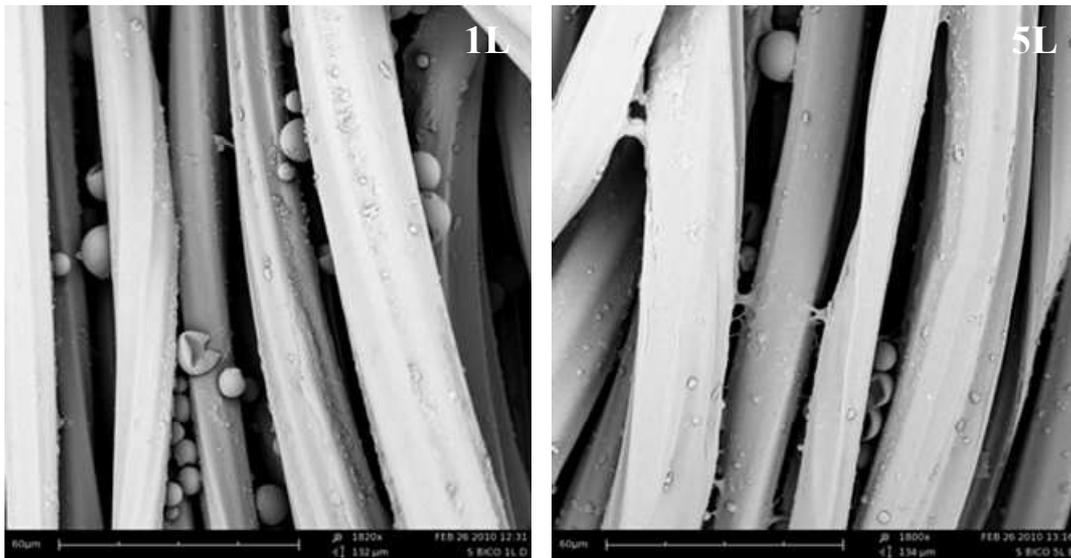


Fig.4.2.30. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas. Tejidos de poliéster de diferentes secciones transversales. Las micrografías están realizadas a 1740, 1780, 1800, 1820, 1860 y 1880 aumentos

Tal y como se ha demostrado en el apartado 4.2.5, influencia de la naturaleza de las fibras en la deposición de microcápsulas. Fibras filicas y fóbicas, en los tejidos compuestos por fibras de algodón se produce una mayor deposición de microcápsulas que en los tejidos compuestos por fibras de poliéster. Las diferencias respecto a los grados de impregnación indicados, quedan reflejadas en el número de partículas en cada tejido en función de su naturaleza, es decir, la capacidad de absorción de las fibras de algodón es más elevada que la de las fibras de poliéster, y al tener esta capacidad se depositan más microcápsulas que permanecen más tiempo sobre los tejidos frente a la acción de los lavados sucesivos.

Otro aspecto a destacar y que también queda patente en la figura 4.2.30., las microcápsulas que presentan un mayor radio son las que desprenden su principio activo de forma prematura durante los primeros ciclos de lavado, quedando únicamente la membrana entre las fibras de los tejidos de poliéster.

El hecho más significativo en esta parte de la investigación, es que la sección transversal que presenta la fibra influye en la durabilidad de la microcápsula sobre el

tejido. Puede observarse que tejidos con secciones transversales trilobales, octolobales, tetralobales y rectangulares, presentan después de 5 ciclos de lavado microcápsulas escondidas entre los huecos que forman las secciones, éstas al estar protegidas conservan durante mayor tiempo el principio activo. Para el caso de las fibras de algodón, al tener más surcos por sección hacen que las microcápsulas perduren durante más tiempo sobre el tejido.

En la *tabla 4.2.29.* se muestra la cantidad de partículas depositadas en cada uno de los tejidos objeto de estudio calculadas teniendo en cuenta el pick-up, al ser fibras fóbicas presentan grados de impregnación en torno al 50-65%.

<i>Tejidos Poliéster</i>	<i>Pick – up</i>	<i>Número de partículas</i>	<i>Número de partículas</i>
<i>Secciones</i>	<i>(%)</i>	<i>(10³) /mL</i>	<i>(10³) /m²</i>
		<i>BAÑO INICIAL</i>	
CIRCULAR	57,76	3.261.750.000	186.527.529.503
RECTANGULAR	64,58	3.261.750.000	242.252.890.625
TETRALOBAL	56,16	3.261.750.000	230.796.931.034
TRILOBAL	54,94	3.261.750.000	261.611.948.498
OCTOLOBAL	61,45	3.261.750.000	300.631.174.699

Tabla 4.2.29. Cantidad de partículas depositadas sobre tejidos de poliéster, 60 g/L producto microencapsulado y 10 g/L resina

El análisis de las aguas residuales (*tabla 4.2.30.*) muestra que en función de la sección transversal, el número de partículas acumuladas después de cinco ciclos es diferente. Así, para un tejido de poliéster con fibras de sección tetralobal o rectangular, la cantidad de partículas en las aguas es menor respecto a una fibra de sección transversal circular, es decir, estas secciones no permiten liberar microcápsulas tan rápidamente como si fuese una sección circular. Esto es debido a la posición de las microcápsulas entre dichas fibras. Al presentar secciones más complejas éstas se sitúan en posiciones más reservadas por lo que estarán más protegidas.

<i>Partículas</i>	<i>Secciones fibras poliéster</i>				
	<i>Circular</i>	<i>Rectangular</i>	<i>Tetralobal</i>	<i>Trilobal</i>	<i>Octolobal</i>
TOTAL ((10³)/mL)	17.554	12.481	11.637	16.343	15.269

Tabla 4.2.30. Cantidad acumulada de partículas desprendidas después de 5 ciclos de lavado, tejidos poliéster diferentes secciones

Al comparar las *tablas 4.2.29. y 4.2.30.*, se observa que aquellas fibras que presentan secciones circulares depositan menor cantidad de partículas (*tabla 4.2.29.*) y desprenden (*tabla 4.2.30.*) más cantidad de partículas que el resto, ello es debido a que las partículas son más vulnerables a la acción de los lavados al no estar situadas en posiciones más reservadas como es el caso de la sección rectangular, tetralobal, etc. Para el caso de las secciones trilobales y octolobales, depositan más cantidad de partículas (*tabla 4.2.29.*) y desprenden cantidades superiores a las secciones rectangulares y tetralobales (*tabla 4.2.30.*), comportamiento totalmente lógico ya que han depositado más cantidad de partículas, por ello, aunque retengan más las partículas durante la acción de los lavados, éstas por la acción continua se van desprendiendo.

4.2.8.1.1. ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO

El análisis permite corroborar que la sección transversal de las fibras influye en la permanencia de las microcápsulas sobre los sustratos textiles. Para su realización, tal y como se explica en el *capítulo 3 (Parte experimental), apartado 3.7.*, no se utiliza ningún método normalizado o técnica, tan sólo se realiza mediante la apreciación por medio del olfato de la presencia del aroma. El análisis ha sido realizado por personas especializadas.

El análisis se lleva a cabo después de someter a los tejidos de poliéster objeto de estudio hasta 5 ciclos de lavado realizados de forma continuada y una vez éstos han sido secados. Los análisis se realizan con los tejidos resultantes de la aplicación de un baño

de productos compuesto por 60 g/L de producto microencapsulado de aroma lavanda y 10 g/L de resina acrílica como ligante.

Los resultados que se obtienen tras realizar el análisis son los siguientes:

<i>Secciones tejidos poliéster</i>	<i>Ciclos de Lavado</i>	
	<i>1L</i>	<i>5L</i>
CIRCULAR	SI - FROTE	NO
RECTANGULAR	SI	SI - FROTE
TETRALOBAL	SI	SI - FROTE
TRILOBAL	SI - FROTE	SI - FROTE
OCTOLOBAL	SI	SI - FROTE

Tabla 4.2.31. Resultados análisis organoléptico sobre tejidos de poliéster, después ciclos de lavado

Cuando se indica “SI-FROTE”, significa que el tejido si no se frota no se aprecia el aroma a lavanda.

Los resultados de la *tabla 4.2.31.*, muestran que tras cinco ciclos de lavado en la sección circular no se aprecia el aroma a lavanda, este hecho se corrobora con las micrografías de la *figura 4.2.30.* correspondientes a esta sección. Para el caso de la sección trilobal es necesario el frote a 1 y 5 ciclos de lavado para poder apreciar el aroma. En el resto de tejidos con distintas secciones, a cinco ciclos de lavado es necesario el frote para poder apreciar el aroma a lavanda.

4.2.8.2. CONCLUSIONES PARCIALES

La sección transversal de las fibras influye en la deposición y posterior permanencia de las microcápsulas sobre sustratos textiles.

Fibras de poliéster que presentan secciones circulares, tras la acción continúa de los lavados, desprenden mayor cantidad de partículas, ello es debido a que las

partículas son más vulnerables a la acción de los lavados al no estar situadas en posiciones más reservadas como es el caso de las fibras con sección rectangular, tetralobal, etc.

4.2.9. INFLUENCIA PROCESO DE TEJEDURÍA

El presente apartado pretende estudiar y comparar como influye el proceso de tejeduría utilizado para la elaboración de los tejidos en la mayor o menor deposición de microcápsulas, así como su permanencia cuando los sustratos textiles se someten a diversos ensayos de uso y mantenimiento.

Como sustratos textiles se utiliza un tejido de género de punto por trama elaborado en una tricotosa rectilínea de galga 12 y dos tejidos de calada de 115 y 210 g/m². Las características de los tejidos son las siguientes:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	115	CALADA	(1) Co 115
Algodón	180	PUNTO POR TRAMA	(2) G.P.F.
Algodón	210	CALADA	(3) Co 210

Tabla 4.2.32. Características y referencias tejidos de algodón

Los tejidos han sido impregnados con una concentración de 60 g/L de producto microencapsulado de aroma lavanda y 10 g/L de resina de dispersión de base acrílica como ligante. Los productos comerciales empleados quedan referenciados como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 4
Resina Center BC	RBC 2

Tabla 4.2.33. Referencias productos comerciales utilizados

La siguiente figura (4.2.31.) muestra la situación y el estado de las microcápsulas sobre los tejidos objeto de estudio:

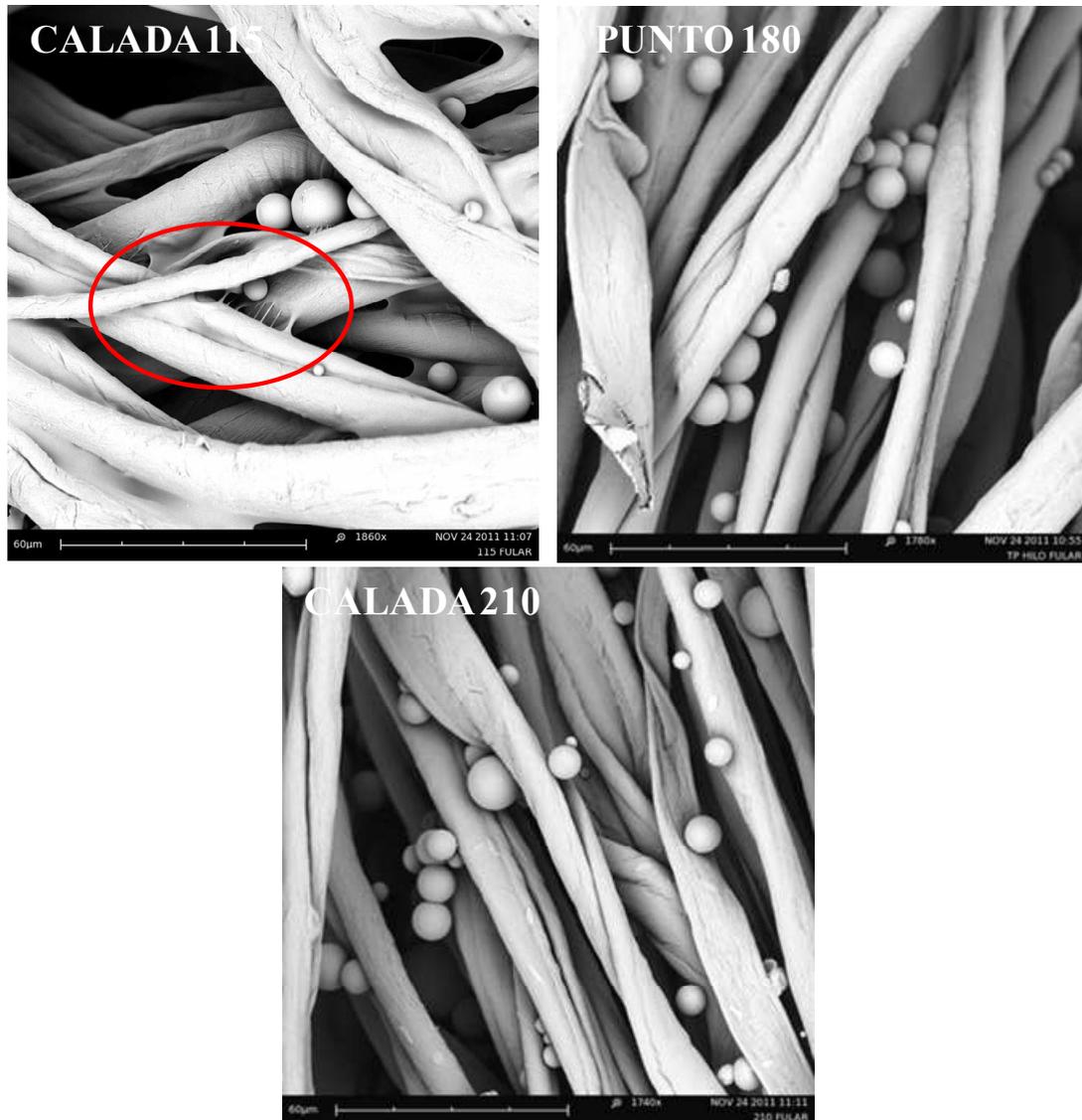


Fig.4.2.31. Tejidos de algodón, distintos procesos de tejeduría. Las micrografías están realizadas a 1860, 1780 y 1740 aumentos

Al comparar las micrografías de la *figura 4.2.31.*, se observa presencia de resina en el tejido de calada de menor gramaje 115 g/m². La cantidad de microcápsulas depositadas también difiere en el de menor gramaje, hecho que se ha demostrado en el apartado 4.2.6, *Influencia del gramaje del tejido* y que se corrobora con los resultados de la *tabla 4.2.34.* que se muestra a continuación. Las microcápsulas

mantienen prácticamente su forma esférica después del proceso de aplicación, se observa la diversidad de diámetros de partículas existentes para un mismo producto comercial.

Referencias Tejidos	Pick – up (%)	Número de partículas (10 ³) /mL	Número de partículas (10 ³) /m ²
		BAÑO INICIAL	
Co 115 g/m ² CALADA	76,13	2.339.400.000	204.813.300.300
Co 180 g/m ² PUNTO	90,51	2.339.400.000	381.130.369.200
Co 210 g/m ² CALADA	96,02	2.339.400.000	471.721.294.800

Tabla 4.2.34. Cantidad de partículas depositadas sobre tejidos de algodón, 60 g/L producto microencapsulado y 10 g/L resina

Los resultados de la tabla 4.2.34. muestran la cantidad de partículas depositadas en cada uno de los tejidos objeto de estudio en esta parte de la investigación, el tejido de mayor gramaje, absorbe mayor cantidad de baño y por tanto deposita más cantidad de partículas, hecho que quedó demostrado en el apartado 4.2.6, *Influencia del gramaje del tejido*.

4.2.9.1. ACCIÓN DE LOS LAVADOS SUCESIVOS. ESTUDIO COMPARATIVO

La acción de los lavados afecta a la permanencia de las microcápsulas sobre los tejidos. Las siguientes imágenes (*figura 4.2.32. y 4.2.33.*) corresponden a las micrografías de los tres tejidos después de someterlos a 1 y 5 ciclos de lavado respectivamente.

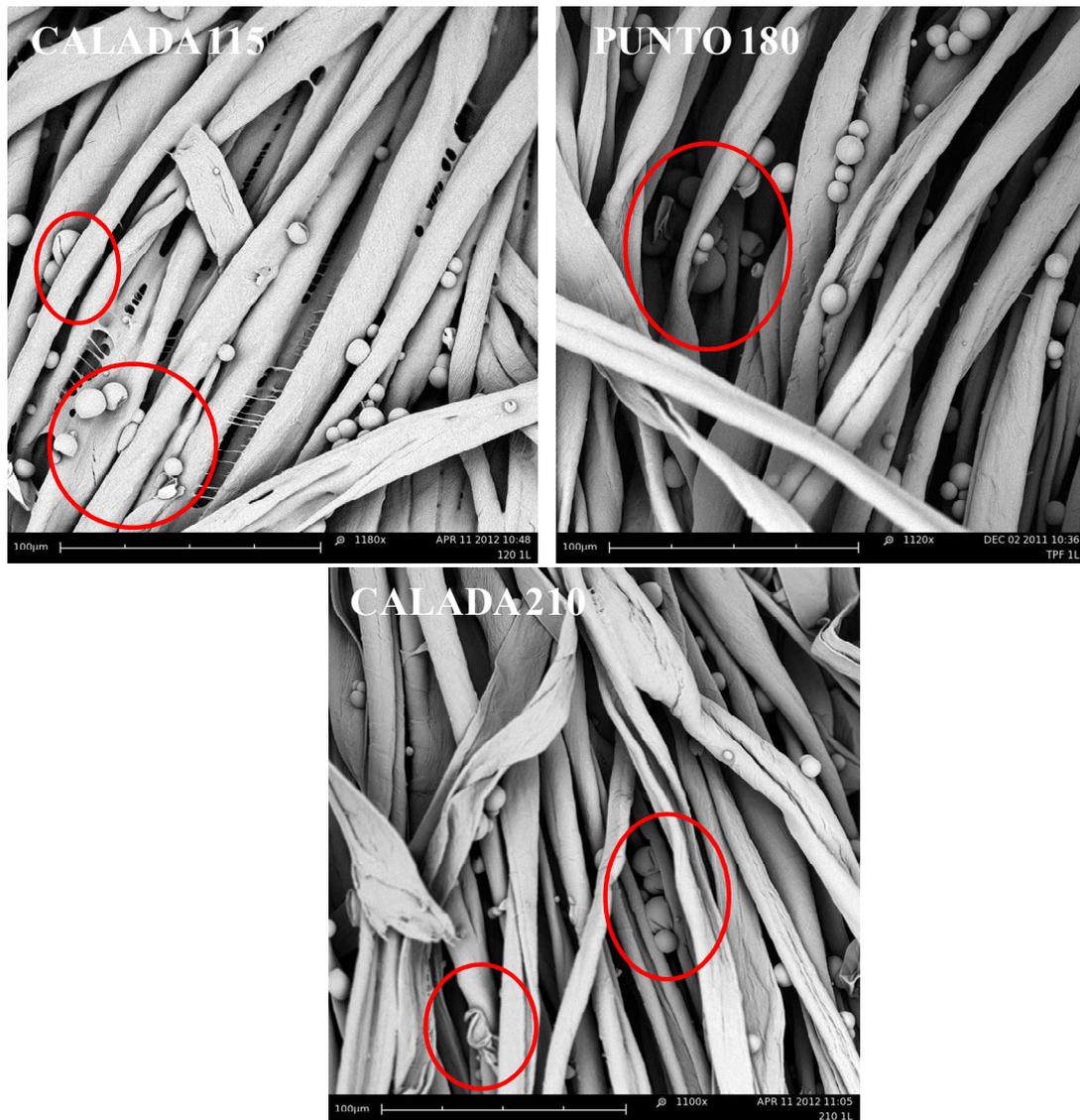


Fig.4.2.32. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, 1 ciclo de lavado. Las micrografías están realizadas a 1180, 1120 y 1100 aumentos

Después de un ciclo de lavado, se observan en las micrografías (*figura 4.2.32.*) microcápsulas vacías que debido a la acción de los lavados han perdido su principio activo, quedando entre las fibras de algodón la membrana de naturaleza polimérica.



Fig.4.2.33. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, 5 ciclos de lavado. Las micrografías están realizadas a 1160 y 1180 aumentos

La acción de los lavados provoca también la pérdida de las microcápsulas de las fibras de algodón, quedando éstas contenidas en las aguas residuales. En este caso también se observa en las *figuras* (4.2.32. y 4.2.33.) tal y como se ha ido demostrado a lo largo de la investigación, que son las microcápsulas de mayor tamaño las que antes pierden su principio activo, quedando únicamente la membrana en las fibras que constituyen los tejidos. Tras 5 ciclos de lavado todavía se aprecia resina (*figura* 4.2.33.) en el tejido de calada de menor gramaje, 115 g/m².

Las micrografías de la figuras (4.2.32. y 4.2.33.) no permiten establecer diferencias entre ambos procedimientos de tejeduría respecto a la cantidad de partículas que se desprenden, por ello, el análisis mediante el contador de partículas de las aguas residuales recogidas después de cada ciclo de lavado permitirá observar si existen diferencias entre ambos procedimientos:

<i>Partículas</i>	<i>Tejidos</i>		
	<i>CALADA Co 115</i>	<i>PUNTO Co 180</i>	<i>CALADA Co 210</i>
TOTAL ((10³)/mL)	34.182	25.277	16.416

Tabla 4.2.35. Cantidad acumulada de partículas desprendidas después de 5 ciclos de lavado, tejidos de algodón

Los resultados obtenidos en la *tabla 4.2.35.* permiten corroborar que el gramaje del tejido influye en la permanencia de las microcápsulas. Al comparar las *tablas 4.2.34. y 4.2.35.*, se corroboran las conclusiones extraídas del *apartado 4.2.6.* del presente capítulo, a mayor gramaje más cantidad de microcápsulas se depositan sobre el tejido (*tabla 4.2.34.*) y más tardan en salir (*tabla 4.2.35.*).

Respecto a la influencia del proceso de tejeduría, los resultados obtenidos no permiten llegar a la conclusión de que el proceso pueda influir en la mayor deposición y permanencia de las microcápsulas, sino que más bien es consecuencia del distinto gramaje.

4.2.9.2. ACCIÓN DE LA ABRASIÓN. ESTUDIO COMPARATIVO

La acción de la abrasión provoca al igual que la acción de los lavados la pérdida y rotura de las microcápsulas depositadas sobre los sustratos textiles, tal y como se ha ido demostrado a lo largo de esta parte de la investigación, aplicación productos microencapsulados por impregnación.

Los tejidos han sido sometido a ensayos de resistencia a la abrasión siguiendo la norma *UNE – EN ISO 12.947 (1999) (Determinación de la resistencia a la abrasión de los tejidos por el método Martindale)*, con el fin de evaluar y determinar la resistencia a la abrasión de los productos microencapsulados. Se compara para los tres tejidos estudiados en el apartado 4.2.9., *Influencia del proceso de tejeduría*, la acción de la abrasión después de 125, 500, 1000, 1500 y 2000 ciclos. Las características de los tejidos son las siguientes:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	115	CALADA	(1) Co 115
Algodón	180	PUNTO POR TRAMA	(2) G.P.F.
Algodón	210	CALADA	(3) Co 210

Tabla 4.2.36. Características y referencias tejidos de algodón

Las imágenes obtenidas por microscopía electrónica correspondientes a los tejidos después de someterlos a los diversos ciclos de abrasión se muestran en las siguientes figuras:



Fig.4.2.34. Influencia de la abrasión en la permanencia de las microcápsulas, 125 ciclos. Las micrografías están realizadas a 1160 y 1180 aumentos

En la micrografía correspondiente al tejido de menor gramaje, CALADA 115 (figura 4.2.35.), se observa como la acción de la abrasión ha provocado la rotura de las microcápsulas quedando prácticamente restos de membranas entre las fibras. En el resto de tejidos, PUNTO 180 y CALADA 210, también se observan microcápsulas vacías entre las fibras o entre los surcos que forma la sección arriñonada de las fibras de algodón.

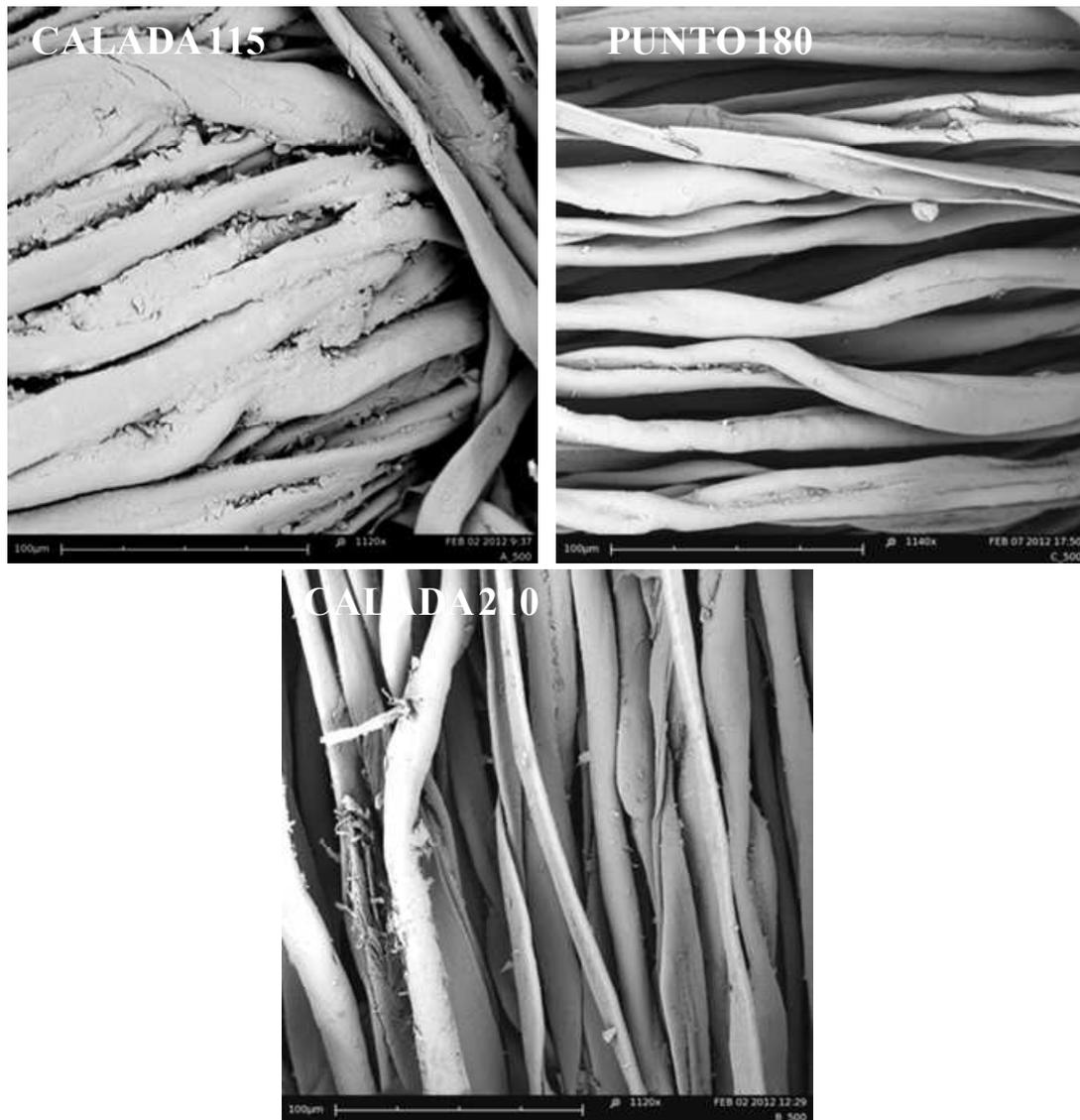


Fig.4.2.35. Influencia de la abrasión en la permanencia de las microcápsulas, 500 ciclos. Las micrografías están realizadas a 1120 y 1140 aumentos

Al igual que en la *figura 4.2.34.*, la acción de la abrasión provoca el deterioro de las microcápsulas y también puede observarse (*figura 4.2.35.*) que también afecta a las fibras que constituyen los tejidos provocando su rotura.

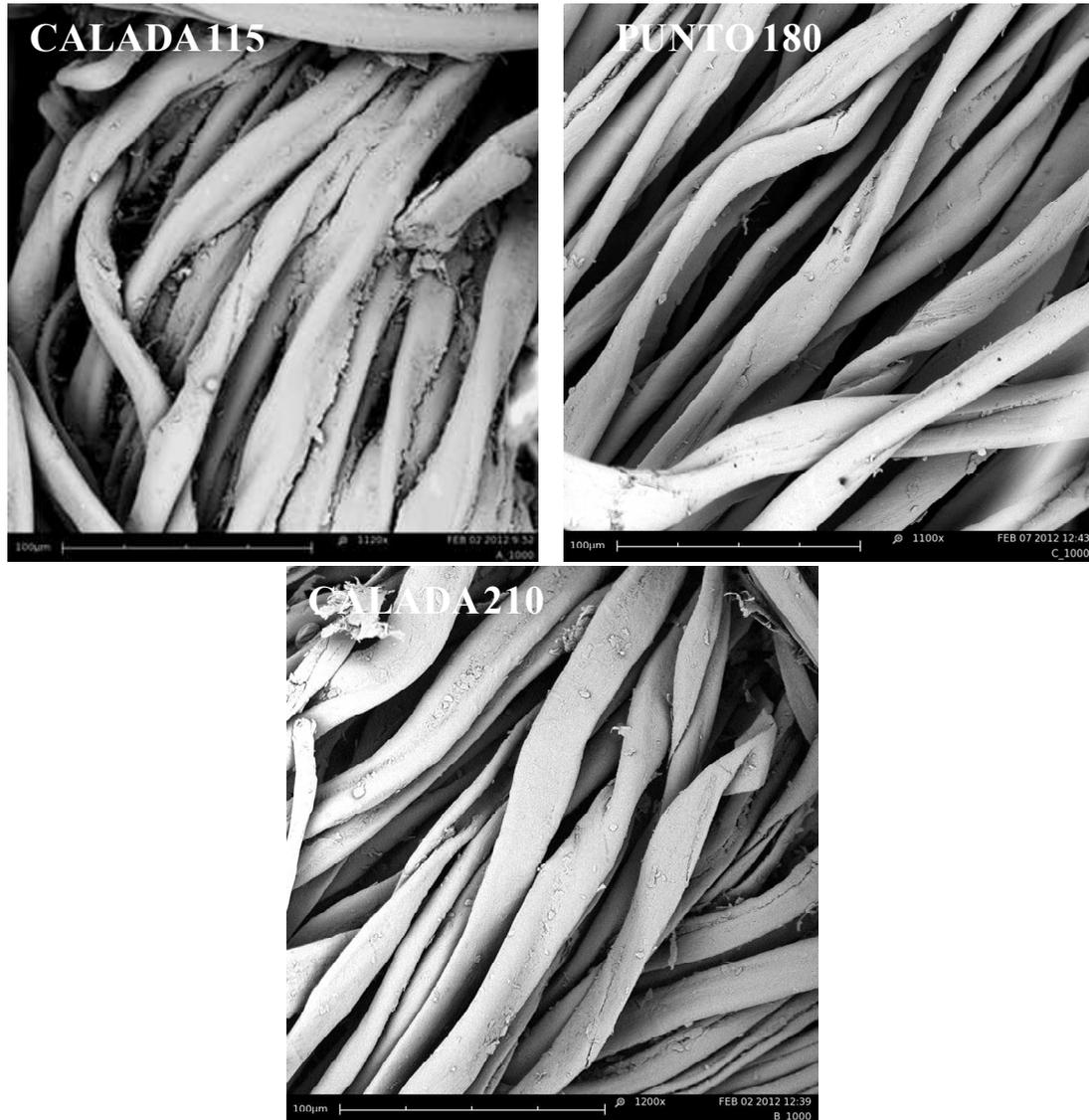


Fig.4.2.36. Influencia de la abrasión en la permanencia de las microcápsulas, 1000 ciclos. Las micrografías están realizadas a 1120, 1100 y 1200 aumentos

En la *figura 4.2.36.* es prácticamente inapreciable la presencia de microcápsulas que mantengan su forma esférica tras 1000 ciclos de abrasión.

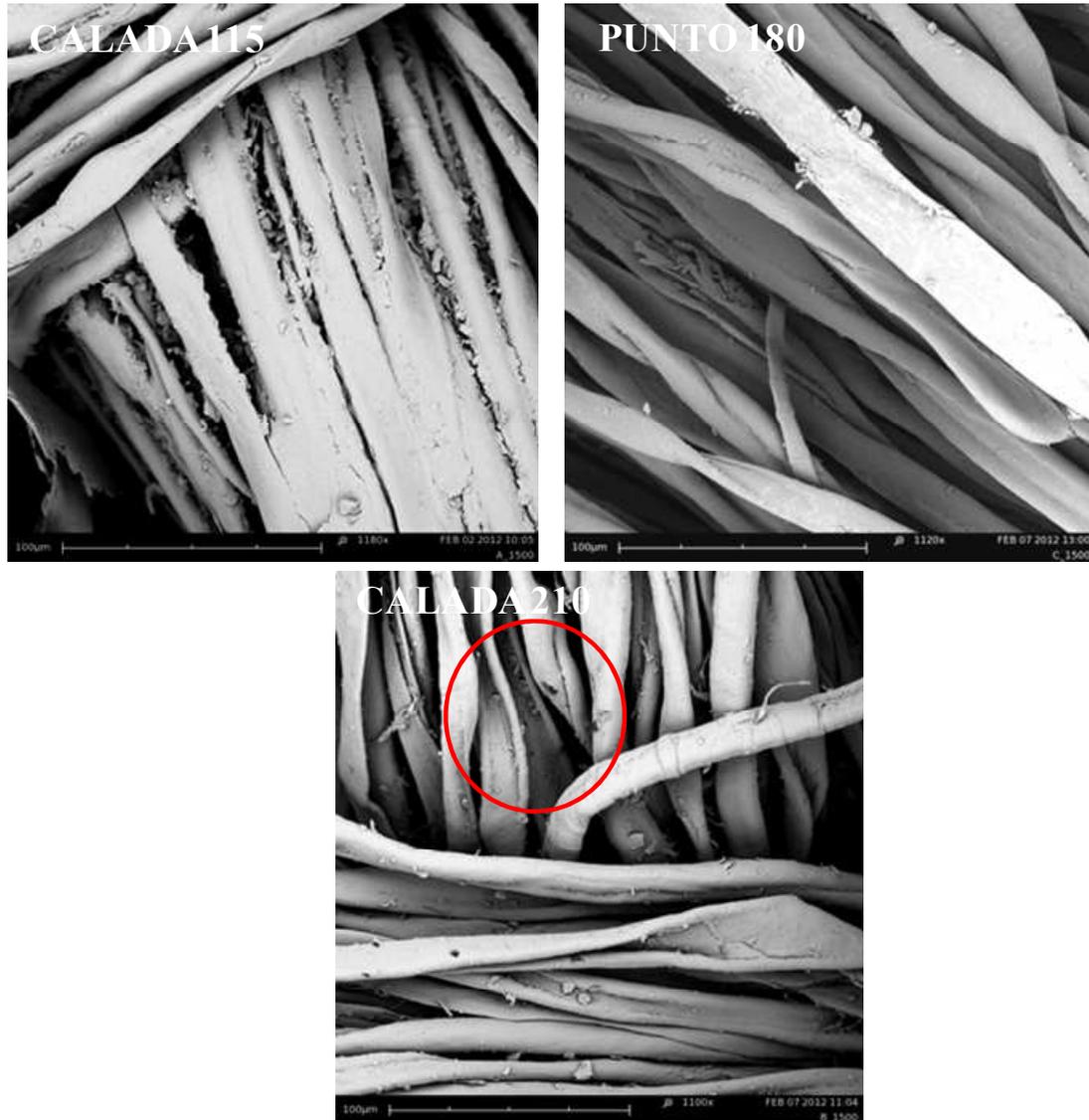


Fig.4.2.37. Influencia de la abrasión en la permanencia de las microcápsulas, 1500 ciclos. Las micrografías están realizadas a 1180, 1120 y 1100 aumentos

La acción de la abrasión afecta incluso a aquellas microcápsulas que se encuentran en posiciones protegidas (*figura 4.2.37.*), es decir, entre los surcos que forma la sección arriñonada de las fibras.

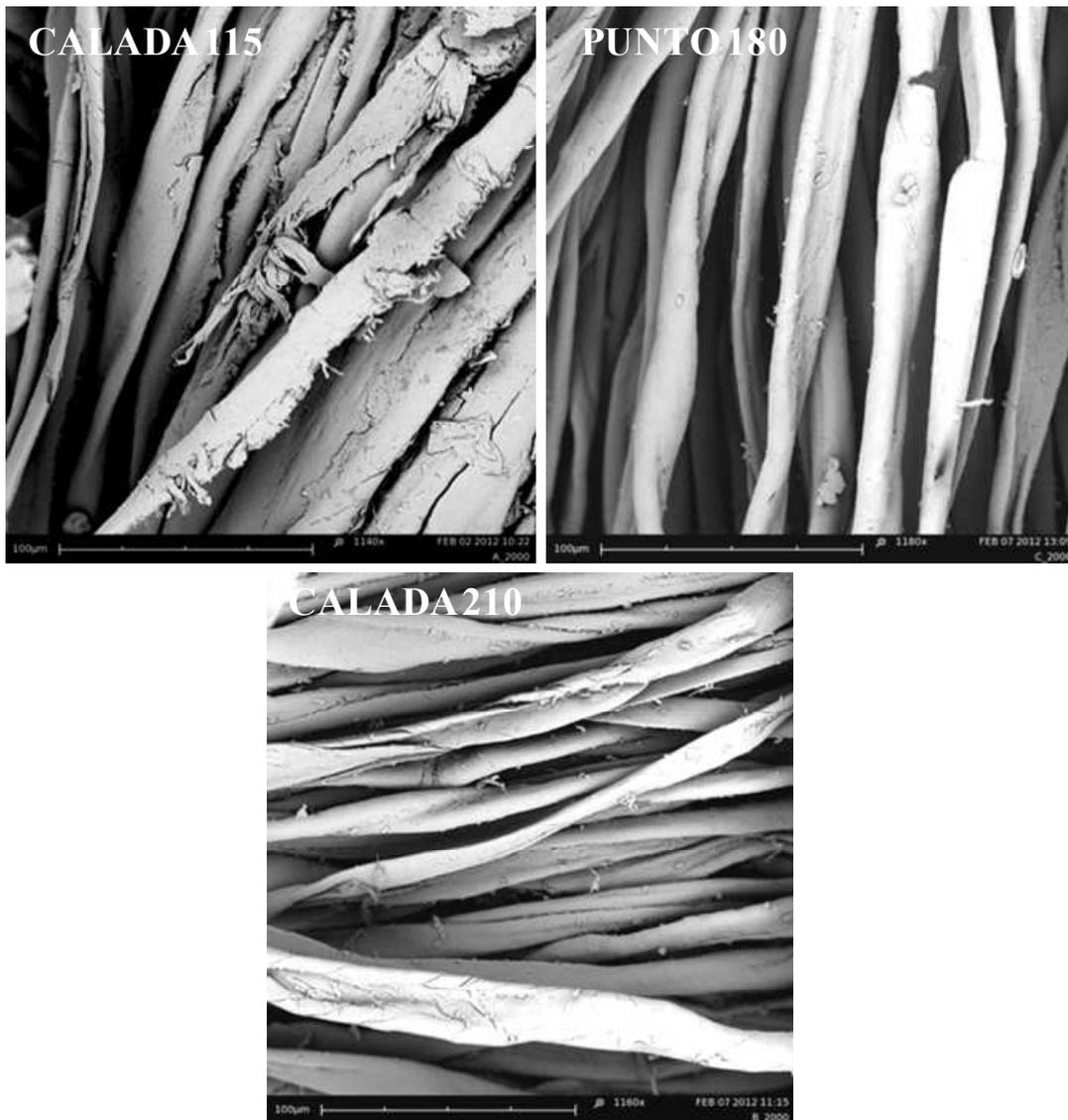


Fig.4.2.38. Influencia de la abrasión en la permanencia de las microcápsulas, 2000 ciclos. Las micrografías están realizadas a 1140, 1180 y 1160 aumentos

A medida que aumenta el número de ciclos la presencia de microcápsulas que presentan forma esférica es menor, a 2000 ciclos (*figura 4.2.38.*) prácticamente no se observan microcápsulas que conserven su principio activo. La cantidad de restos de membranas vacías entre las fibras aumenta a medida que se incrementan los ciclos. La acción de la abrasión también afecta a las fibras, las deteriora e incluso provoca su ruptura.

4.2.9.3. CONCLUSIONES PARCIALES

Los resultados obtenidos en el *apartado 4.2.9. Influencia del proceso de tejeduría*, no permiten llegar a la conclusión de que el proceso pueda influir en la mayor deposición y permanencia de las microcápsulas, sino que más bien es consecuencia del distinto gramaje.

La acción de la abrasión afecta a la estabilidad y permanencia de las microcápsulas independientemente del proceso de tejeduría utilizado y del gramaje del tejido.

4.2.10. VALIDACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS

La espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) se utiliza como técnica analítica adicional para validar los resultados obtenidos a lo largo de esta parte de la investigación.

Los sustratos textiles, independientemente de su naturaleza, cuando se les incorporan los productos microencapsulados sufren un cambio en su funcionalidad y en sus propiedades, a estos tejidos se les incorpora mediante impregnación, por acción mecánica, productos que contienen como materias activas aromas. Dichos sustratos se someten a ensayos de uso y mantenimiento que afectan a la estabilidad y permanencia de los productos microencapsulados que se les han incorporado.

Mediante espectroscopía infrarroja se pretende demostrar y corroborar las variaciones en cuanto al tipo de enlaces y grupos funcionales que existen en los sustratos textiles cuando se les incorporan los productos microencapsulados, y como sufren cambios en los mismos cuando dichos sustratos se someten a ciclos de lavado realizados de forma continuada.

Los análisis mediante FTIR-ATR se realizan a los siguientes sustratos textiles:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón - Poliéster	115	CALADA	(12) Co - Pes
Algodón - Lino	210	CALADA	(5) Co - Li
Algodón	400	CALADA	(4) Co 400

Tabla 4.2.37. Características y referencias tejidos de algodón

Todos los tejidos han sido impregnados con un baño de fulardado compuesto de 60 g/L de producto comercial microencapsulado de aroma lavanda y 10 g/L de resina acrílica como ligante. Los productos comerciales empleados quedan referenciados como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 2
Resina Center BC	RBC 1

Tabla 4.2.38. Referencias productos comerciales utilizados

En primer lugar, se muestra de nuevo el espectro FTIR-ATR del producto comercial microencapsulado, este espectro corresponde a la *figura 4.1.6.*, del *apartado 4.1. Caracterización productos comerciales, subapartado 4.1.3. Composición química de la materia activa y de la membrana. Espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR).*

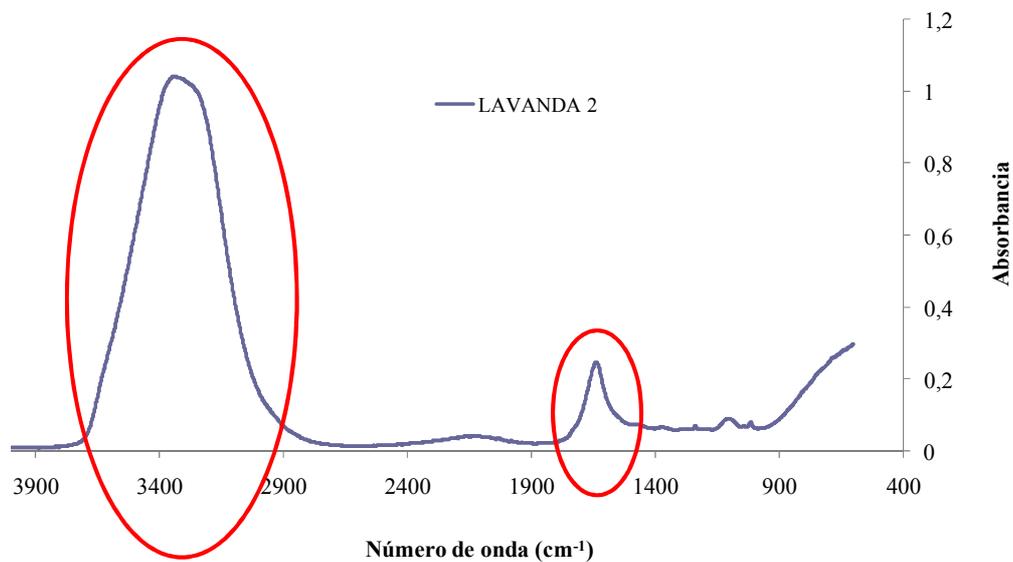


Fig.4.2.39. Espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) producto comercial microencapsulado, CENTERFINISH 164/02, aroma lavanda.

El producto comercial presenta una banda en la zona de 3700-3000 cm⁻¹ correspondiente a las vibraciones de tensión del grupo OH, y otra banda alrededor de 1650 cm⁻¹ que se relaciona con la vibración de tensión del CO de los grupos amida. [1,3]

Si se comparan en un mismo gráfico el espectro del tejido de algodón-lino con el del producto comercial se obtiene la *figura 4.2.40*.

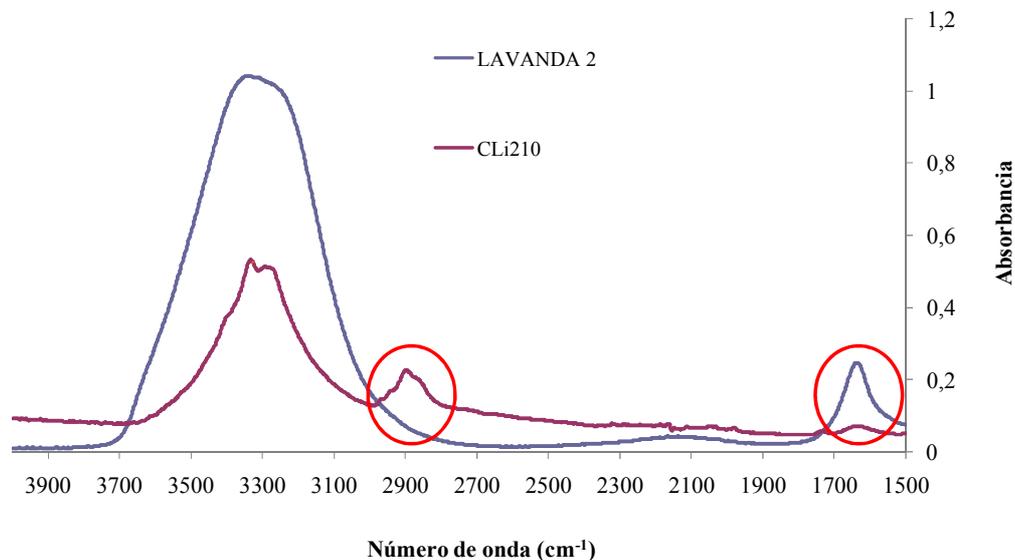


Fig.4.2.40. Estudio comparativo espectros (FTIR-ATR) productos comercial microencapsulado y tejido de algodón-lino

En la *figura 4.2.40.*, se puede observar que el tejido de algodón-lino (CLi210) presenta una banda alrededor de 3300 cm^{-1} característica de las vibraciones de tensión del grupo OH y otra a 2900 cm^{-1} característica de las vibraciones de tensión del grupo CH [1,3,4]. Al comparar ambos espectros se observa que tanto el tejido como el producto comercial poseen grupos OH, zona de $3700\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$, por lo que al aplicar las microcápsulas sobre el tejido, éstas aportarán más grupos funcionales OH.

Existen dos bandas que no presentan el mismo comportamiento en ambos espectros, 2900 cm^{-1} (grupo CH del tejido) y 1650 cm^{-1} (grupo CO del producto comercial). Así, en la zona de 2900 cm^{-1} el tejido presenta una banda característica mientras que el producto comercial no presenta ninguna variación, por otro lado a 1650 cm^{-1} , el producto comercial presenta una banda característica y el tejido de algodón alcanza la línea de base. Teniendo en cuenta el comportamiento tanto del tejido como del producto en estas dos zonas, cada muestra se ha analizado calculando los valores de absorbancia en estas dos bandas, siendo el ratio de cálculo " I_{1650}/I_{2900} ".

Los resultados obtenidos para el tejido de algodón-lino son:

<i>Muestras</i>	I_{1650}/I_{2900}
Co – Li 210	0,301
Co – Li 210 + MIC	0,324
Co – Li 210 + MIC 1L	0,316
Co – Li 210 + MIC 5L	0,303

Tabla 4.2.39. Relación ratios de intensidad tejido algodón – lino

Los datos que se muestran en la *tabla 4.2.39* corroboran y validan los resultados obtenidos en esta parte de la investigación. Al añadir el producto microencapsulado se produce un incremento en el valor debido a que se aportan nuevos grupos funcionales al sustrato textil; los ciclos de lavado provocan una disminución en los valores, debido al desprendimiento de las microcápsulas del tejido o la pérdida de su principio activo, el valor va disminuyendo si se incrementan los ciclos de lavado hasta alcanzar prácticamente el valor del tejido sin microcápsulas (Co – Li 210).

Estos resultados corroboran que al añadir productos microencapsulados le aportamos al tejido nuevos grupos funcionales que se van desprendiendo del mismo por la acción continua de los lavados.

El análisis también se ha realizado en un tejido de algodón – poliéster:

<i>Muestras</i>	I_{1650}/I_{2900}
Co – Pes 115	0,420
Co – Pes 115 + MIC	0,487
Co – Pes 115+ MIC 1L	0,457
Co – Pes 115 + MIC 5L	0,421

Tabla 4.2.40. Relación ratios de intensidad tejido algodón – poliéster

Para el caso del tejido de algodón-poliéster (*tabla 4.2.40.*), los datos siguen la misma tendencia que los del tejido de algodón-lino (*tabla 4.2.39.*), se incrementan al aportar las microcápsulas y la acción de los lavados provoca una disminución en los valores.

Para un tejido de algodón de 400 g/m², los resultados siguen la misma tendencia. (*tabla 4.2.41.*):

<i>Muestras</i>	I_{1650}/I_{2900}
Co 400	0,346
Co 400 + MIC	0,367
Co 400 + MIC 1L	0,344

Tabla 4.2.41. Relación ratios de intensidad tejido algodón – poliéster

4.2.10.1. CONCLUSIONES PARCIALES

La espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) valida los resultados obtenidos en esta parte de la investigación, *aplicación de productos microencapsulados por impregnación*, corroborándose la presencia de microcápsulas sobre los tejidos mediante este procedimiento de aplicación, así como la acción de los lavados influye en la permanencia de las microcápsulas sobre los sustratos textiles.

4.3. APLICACIÓN POR AGOTAMIENTO

En la aplicación de productos microencapsulados por agotamiento a diferencia de la aplicación por impregnación, en la que la acción mecánica de los cilindros es fundamental para conseguir depositar los productos sobre los tejidos, la materia textil y el baño de productos permanecen en contacto *el tiempo que dura el proceso y bajo condiciones específicas*.

El presente apartado tiene como objeto optimizar las siguientes variables del proceso: *temperatura de aplicación, temperatura de curado de la resina utilizada como ligante, composición baños de productos*, así como estudiar la influencia de la *relación de baño*, a fin de conseguir la mayor deposición de los productos microencapsulados sobre sustratos textiles de algodón.

4.3.1. TRATAMIENTO PREVIO DE LOS TEJIDOS

Antes de iniciar el proceso de aplicación de productos microencapsulados por agotamiento, los tejidos de algodón se someten a una serie de lavados previos descritos en el capítulo 3, *apartado 3.3.2*. a fin de eliminar posibles restos de productos auxiliares e impurezas propias de las fibras que constituyen los tejidos. El procedimiento sigue las directrices de los procesos de lavado realizados en la tintura de materias textiles.

Condiciones	Baño Lavado I	Baño Lavado II	Baño Lavado III
Temperatura (°C)	100	60	Ambiente
Detergente (g/L)	0,5	-	-
Relación baño (R _b)	1/20	-	-
Volumen Baño (L)	-	1	1
Tiempo (min)	30	10	10

Tabla 4.3.1. Condiciones procesos de lavado previos tejidos

Como sustrato textil se utiliza:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	210	CALADA	(3) Co 210

Tabla 4.3.2. Características y referencias tejido utilizado

El tejido objeto de estudio, tejido de algodón de 210 g/m², se somete al proceso de lavado previo, se realizan las medidas del número de partículas presentes en los baños de tratamiento, considerando la posibilidad de que existan partículas procedentes de la propia agua o del detergente. Cuando se estudian las aguas de lavado, se aprecia (*figura 4.3.1.*) que el tratamiento ha sido efectivo ya que un gran número de partículas han pasado del tejido al baño de lavado.

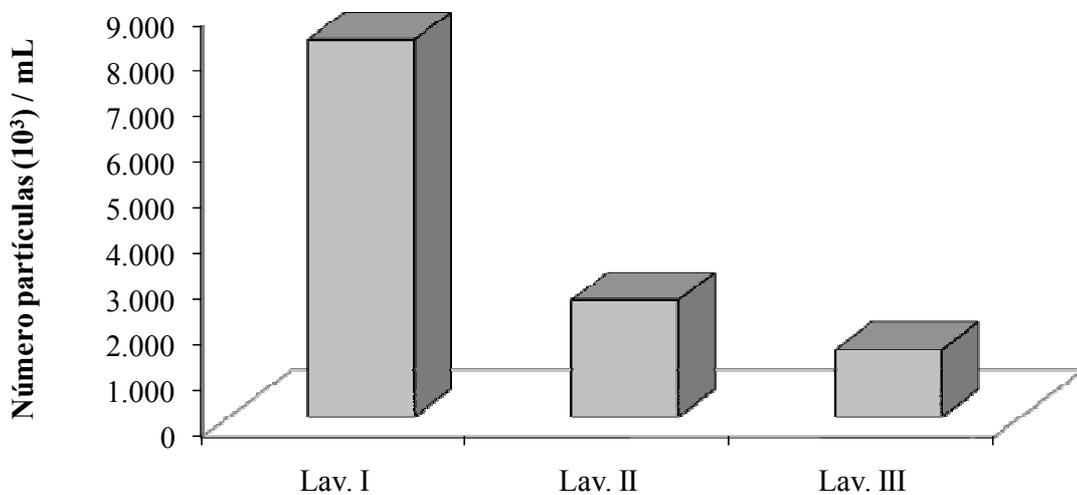


Fig.4.3.1. Número de partículas en las aguas residuales de los ciclos de lavado

Al analizar el diagrama de barras que representa los resultados obtenidos a partir del contador de partículas (*figura 4.3.1.*), se observa que es en el primer ciclo de lavado (Lav. I) donde mayor cantidad de partículas se desprenden del tejido, este lavado se realiza a 100°C y el tejido permanece en el baño durante 30 minutos. Respecto al resto

de lavados (Lav. II y Lav. III), la cantidad de partículas es inferior, cabe destacar que en estos baños no se emplea detergente, y el tiempo de permanencia del tejido en los mismos es inferior respecto al primer lavado (Lav. I).

4.3.1.1. CONCLUSIONES PARCIALES

Los resultados obtenidos corroboran la necesidad de realizar lavados previos antes de iniciar los procesos de aplicación de productos microencapsulados por agotamiento, para evitar contaminación de partículas procedentes de los tejidos en los baños de lavado que distorsionarían los resultados de los tejidos tratados con microcápsulas.

4.3.2. OPTIMIZACIÓN PARÁMETROS DEL PROCESO DE APLICACIÓN POR AGOTAMIENTO

En la aplicación de productos microencapsulados por agotamiento son diversos los parámetros objeto de estudio y optimización, siendo: *temperatura de trabajo*, *temperatura óptima de curado de la resina*, y *concentración de productos en los baños de aplicación*, estudiándose también en esta parte *la influencia de la relación de baño*.

Como sustratos textiles se han empleado tejidos de algodón 100% cuyas características son:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref. Tejidos</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	
Algodón	210	CALADA	(3) Co 210

Tabla 4.3.3. Características y referencias tejido utilizado

Los productos comerciales utilizados quedan referenciados como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 3
Resina Center STK-100	STK-100

Tabla 4.3.4. Referencias productos comerciales utilizados

Respecto a la concentración de productos se emplean: las mismas concentraciones que las utilizadas en la aplicación por impregnación; concentraciones recomendadas por las casas comerciales para la aplicación por agotamiento; y baños en los que sólo está presente uno de los productos para estudiar el comportamiento que presentan los mismos durante el proceso.

Las temperaturas de trabajo son: **60°C y 80°C**, y relaciones de baño **1/20 y 1/40**. Para optimizar la temperatura de curado de la resina se emplea: temperatura ambiente (**22°C**), **85°C y 110°C**. En la *tabla 4.3.5*. se especifican las condiciones de cada uno de los baños utilizados.

En los apartados siguientes se muestran los resultados que derivan del estudio de cada uno de los parámetros del proceso descritos anteriormente.

<i>Baño</i>	<i>Prod. Microencaps. (% s.p.f.)</i>	<i>Resina (% s.p.f.)</i>	<i>Relación baño R_b</i>	<i>Temp. Aplicac. (°C)</i>	<i>Temp. Curado (°C)</i>
I	240	40	1/20	60	22, 85, 110
II	240	-	1/20	60	22, 85, 110
III	-	40	1/20	60	22, 85, 110
IV	6	1	1/20	60	22, 85, 110
V	12	2	1/20	60	22, 85, 110
VI	240	40	1/20	80	22, 85, 110
VII	240	-	1/20	80	22, 85, 110
VIII	-	40	1/20	80	22, 85, 110
IX	6	1	1/20	80	22, 85, 110
X	12	2	1/20	80	22, 85, 110
XI	240	40	1/40	60	22,85,110
XII	240	-	1/40	60	22,85,110
XIII	-	40	1/40	60	22,85,110
XIV	6	1	1/40	60	22,85,110
XV	12	2	1/40	60	22,85,110

Tabla 4.3.5. Condiciones aplicación por agotamiento

4.3.2.1. OPTIMIZACIÓN TEMPERATURA DE TRABAJO

Uno de los parámetros objeto de estudio y optimización es la temperatura de trabajo. La casa comercial del producto microencapsulado recomienda trabajar a temperaturas de alrededor de 70°C, la investigación se centra en el empleo de dos

temperaturas de trabajo a fin de determinar cuál es la óptima, siendo las temperaturas objeto de estudio **60°C y 80°C**.

Con el objeto de poder evaluar las condiciones de trabajo especificadas, se analiza el comportamiento que presentan los baños de productos descritos en la *tabla 4.3.6.*, antes y una vez han sido aplicados sobre los tejidos de algodón.

Baño	Prod. Microencap (% s.p.f.)	Resina (% s.p.f.)	Relación baño R_b	Temp. Aplicac. (°C)	Temp. Curado (°C)
I	240	40	1/20	60	22, 85, 110
IV	6	1	1/20	60	22, 85, 110
V	12	2	1/20	60	22, 85, 110
VI	240	40	1/20	80	22, 85, 110
IX	6	1	1/20	80	22, 85, 110
X	12	2	1/20	80	22, 85, 110

Tabla 4.3.6. Condiciones baños estudio temperatura trabajo

En primer lugar se determina el estado que presentan las microcápsulas utilizadas, las siguientes imágenes (*figuras 4.3.2., 4.3.3., 4.3.4., 4.3.5., 4.3.6. y 4.3.7.*) muestran el estado de las mismas antes (B. INICIAL) y después (B. FINAL) de la aplicación. Se sigue el mismo procedimiento que en la *Caracterización de productos comerciales (apartado 4.1.)*, se deposita una gota de baño sobre papel de celulosa y posteriormente mediante microscopía electrónica se observa el estado del mismo.

- **BAÑO I**, temperatura de aplicación de 60°C. Compuesto por: 240% s.p.f. de producto microencapsulado y 40% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20.

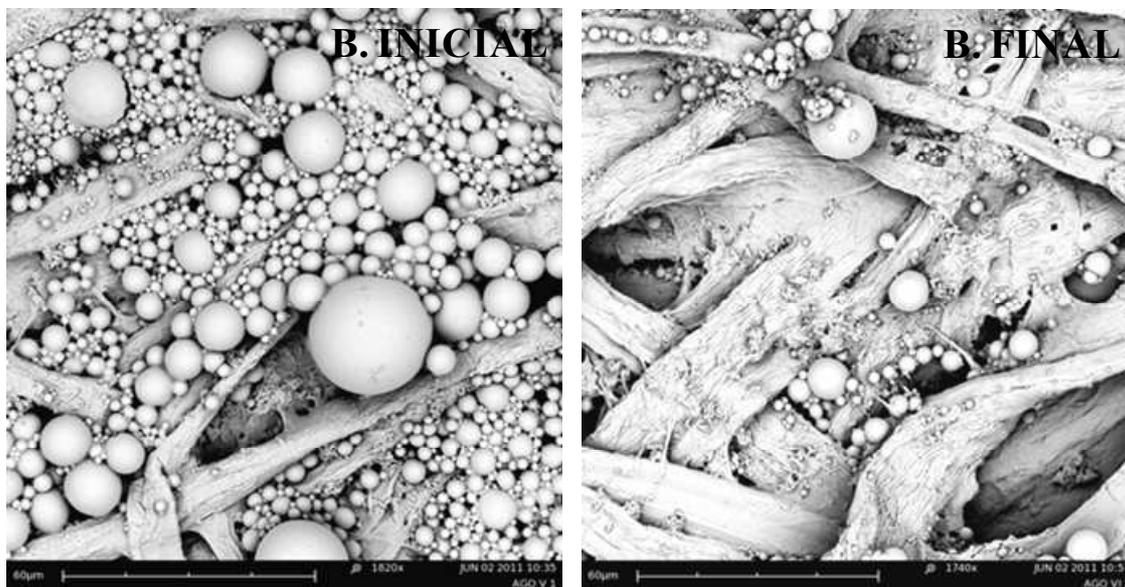


Fig. 4.3.2. Micrografías estado del Baño I (240% s.p.f. producto microencapsulado y 40% s.p.f. resina acrílica) antes y después aplicación a 60°C. Las micrografías están realizadas a 1820 y 1740 aumentos

La *figura 4.3.2.* permite observar elevada presencia de microcápsulas en el baño inicial tal y como era de esperar si se considera la elevada concentración de microcápsulas. Se aprecia que existe cierta dispersión de tamaños entre las microcápsulas al igual que en los anteriores lotes de productos, éstas presentan en general buen estado, es decir, forma esférica, lo cual indica que no se ha perdido principio activo. Cuando se comparan las dos micrografías (B. INICIAL y B. FINAL), es evidente que existe menor presencia de microcápsulas en el baño final, ello indica que se han depositado un gran número de microcápsulas sobre el tejido de algodón. Algunas de las microcápsulas ya no mantienen su forma esférica, aunque éstas son una minoría y ello puede deberse a la pérdida de principio activo al entrar en contacto con el agua del baño durante el tratamiento, 40 minutos, tal y como se ha demostrado en el *apartado 4.1. Caracterización de productos comerciales.*

- **BAÑO IV**, temperatura de aplicación de 60°C. Compuesto por: 6% s.p.f. de producto microencapsulado y 1% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20.



Fig. 4.3.3. Micrografías estado del Baño IV (6% s.p.f. producto microencapsulado y 1% s.p.f. resina acrílica) antes y después aplicación a 60°C.
Las micrografías están realizadas a 1800 y 1820 aumentos

En la *figura 4.3.3.* se observa menor cantidad de microcápsulas en el baño inicial (B. INICIAL) si se compara con la *figura 4.3.2.* Las cantidades de productos empleadas en las muestras de la *figura 4.3.3.* son las recomendadas por las casas comerciales, mientras que las utilizadas en la *figura 4.3.2.* son las concentraciones de los baños utilizadas en la aplicación por impregnación, cantidades muy elevadas para aplicarse por este proceso. Después del proceso de aplicación, en la micrografía correspondiente al B. FINAL se observa alguna microcápsula vacía, que ha perdido su principio activo.

- **BAÑO V**, temperatura de aplicación de 60°C. Compuesto por: 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20.



Fig. 4.3.4. Micrografías estado del Baño V (12% s.p.f. producto microencapsulado y 2% s.p.f. resina acrílica) antes y después aplicación a 60°C. Las micrografías están realizadas a 1800 y 1820 aumentos

Las cantidades de productos utilizadas en la *figura 4.3.4.* son las máximas recomendadas por las casas comerciales para la aplicación por agotamiento. Al igual que las de la *figura 4.3.3.* que reflejan las cantidades mínimas recomendadas, se observa en el B. FINAL después de la aplicación, que prácticamente todas las microcápsulas presentan forma esférica a excepción de aquellas que presentan mayores radios.

- **BAÑO VI**, temperatura de aplicación de 80°C. Compuesto por: 240% s.p.f. de producto microencapsulado y 40% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20.

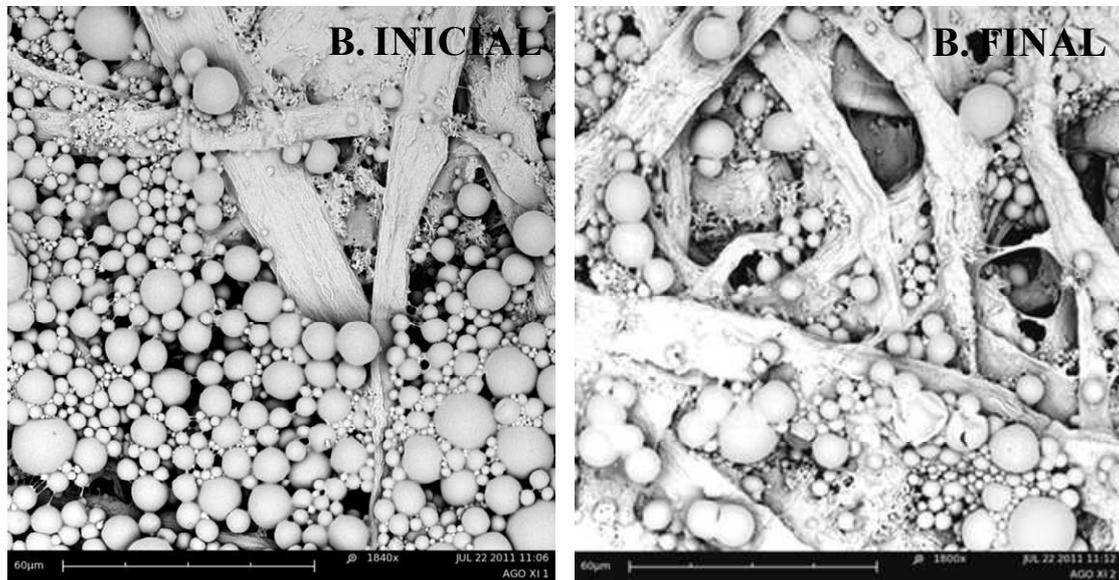


Fig. 4.3.5. Micrografías estado del Baño VI (240% s.p.f. producto microencapsulado y 40% s.p.f. resina acrílica) antes y después aplicación a 80°C. Las micrografías están realizadas a 1840 y 1800 aumentos

Al analizar la *figura 4.3.5.*, se aprecia presencia de resina y algunas microcápsulas que no presentan forma toroide en la micrografía correspondiente al baño final, B. FINAL. Al emplear las mismas concentraciones de productos que en la aplicación por impregnación, se observa mayor cantidad de microcápsulas en ambos baños (B. INICIAL y B. FINAL), tal y como se observaba en la *figura 4.3.2.*

- **BAÑO IX, temperatura de aplicación de 80°C.** Compuesto por: 6% s.p.f. de producto microencapsulado y 1% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20.

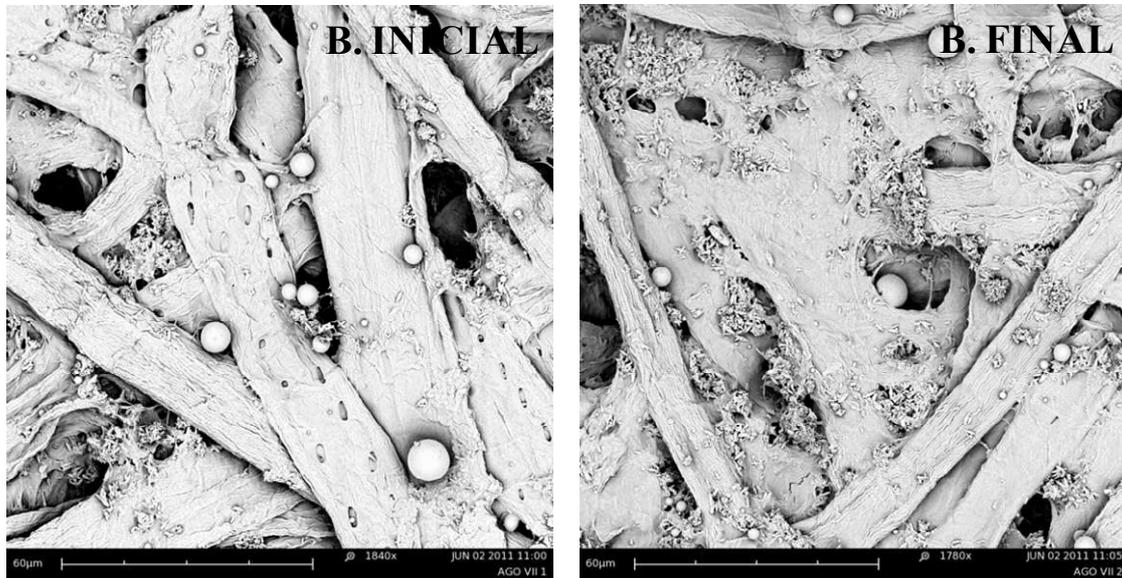


Fig. 4.3.6. Micrografías estado del Baño IX (6% s.p.f. producto microencapsulado y 1% s.p.f. resina acrílica) antes y después aplicación a 80°C. Las micrografías están realizadas a 1840 y 1780 aumentos

En la figura 4.3.6. (6% s.p.f. de producto microencapsulado y 1% s.p.f. de resina acrílica), se observa que la cantidad de microcápsulas en el baño inicial es muy inferior a la que se observa en la figura 4.3.5. (240% s.p.f. de producto microencapsulado y 40% s.p.f. de resina acrílica). Este hecho también se puede apreciar en la figura 4.3.3. en la que se utilizan la mismas concentraciones de productos, 6% s.p.f. producto microencapsulado y 1% s.p.f. de resina que en la figura 4.3.6. La diferencia está en que se utiliza una temperatura de trabajo de 60°C, éstas son las concentraciones recomendadas por las casas comerciales para la aplicación por agotamiento. Respecto al estado que presentan las microcápsulas después del proceso de aplicación a 80°C, la micrografía correspondiente al baño final (B. FINAL) no proporciona suficiente información, ya que se observa poca cantidad de microcápsulas principalmente de pequeños diámetros y prácticamente todas ellas mantienen su forma esférica, el estudio posterior de las micrografías del estado de las mismas sobre los tejidos será

determinante para comprobar si el empleo de temperaturas de 80°C afecta a la estabilidad de los productos microencapsulados.

- **BAÑO X, temperatura de aplicación de 80°C.** Compuesto por: 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20.



Fig. 4.3.7. Micrografías estado del Baño X (12% s.p.f. producto microencapsulado y 2% s.p.f. resina acrílica) antes y después aplicación a 80°C. Las micrografías están realizadas a 1760 y 1720 aumentos

El análisis de la *figura 4.3.7.* no permite observar cambios en el estado de las microcápsulas que quedan en el B. FINAL después del proceso de aplicación a 80°C. De las tres figuras mostradas en las que se utilizan temperaturas de trabajo de 80°C (*figuras 4.3.5., 4.3.6. y 4.3.7.*) tan sólo se observa en la *figura 4.3.5.* alguna microcápsula vacía en el B. FINAL, en el resto (*figuras 4.3.6. y 4.3.7.*), no se observan cambios en el estado de las mismas tras la aplicación (B. FINAL).

Para comprobar el estado de las microcápsulas sobre los tejidos después del proceso de aplicación, se muestran las siguientes imágenes (*figuras 4.3.8., 4.3.9. y 4.3.10.*). Estas imágenes corresponden a los tejidos de algodón resultantes de la aplicación de los baños indicados en la *tabla 4.3.6.* Se realiza un estudio comparativo entre micrografías de tejidos de algodón de 210 g/m² que emplean las mismas

concentraciones de baños de productos, temperaturas de curado de la resina de 22°C y relaciones de baño de 1/20 (*tabla 4.3.6.*), pero distintas temperaturas de trabajo (60 y 80°C). Para el caso que nos ocupa nos centraremos en estudiar la influencia de la temperatura de trabajo en el estado de las microcápsulas presentes en los tejidos.

- **Estudio comparativo tejidos resultantes aplicación BAÑOS I – VI.** Compuestos por: 240% s.p.f. de producto microencapsulado y 40% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20. Temperatura de curado de la resina, 22°C, temperatura ambiente.

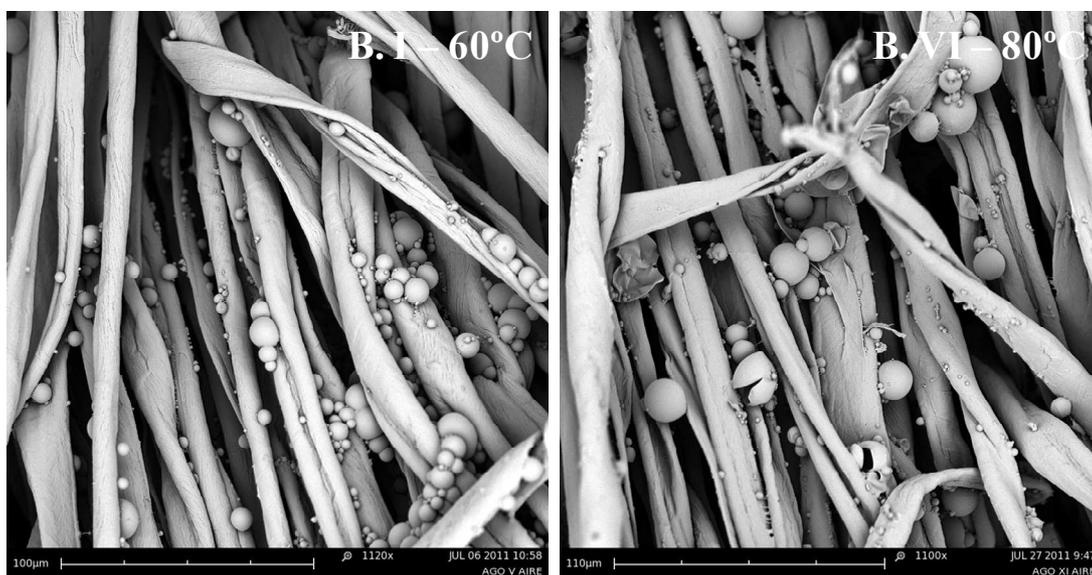


Fig. 4.3.8. Micrografías estudio comparativo influencia de la temperatura, Baño I y Baño VI (240% s.p.f. producto microencapsulado y 40% s.p.f. resina acrílica). Las micrografías están realizadas a 1120 y 1100 aumentos

La *figura 4.3.8.* muestra como el empleo de temperaturas de trabajo de 80°C (B.VI - 80°C) afecta a la estabilidad del producto microencapsulado presente en el tejido. Si se comparan ambas micrografías, a 60°C no se observan microcápsulas vacías, al contrario que al emplear temperaturas de 80°C.

La información proporcionada por la *figura 4.3.8.*, coincide con las imágenes de las *figuras 4.3.2.* y *4.3.5.*, que muestran el estado de los baños iniciales y finales. A 60°C no se observaba alteración del producto en el baño final (B.FINAL, *figura 4.3.2.*),

mientras que a 80°C (*figura 4.3.5.*) se observaban algunas microcápsulas vacías en el baño residual (B. FINAL) de la aplicación del baño VI. Este hecho también se puede justificar a la pérdida de principio activo de las microcápsulas al entrar en contacto con el agua del baño durante el tratamiento, 40 minutos, tal y como se ha demostrado en el *apartado 4.1. Caracterización de productos comerciales*, pero la información proporcionada por la *figura 4.3.8.* en la que se observa que a 60°C las microcápsulas mantienen su forma siendo el tiempo de aplicación el mismo, 40 minutos, y teniendo en cuenta que la casa comercial del producto microencapsulado recomienda trabajar a temperaturas de 70°C, se puede llegar a la conclusión que el empleo de temperaturas de 80°C está afectando al producto comercial microencapsulado.

- ***Estudio comparativo tejidos resultantes aplicación BAÑOS IV – IX. Compuestos por: 6% s.p.f. de producto microencapsulado y 1% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20. Temperatura de curado de la resina, 22°C, temperatura ambiente.***



Fig. 4.3.9. Micrografías estudio comparativo influencia de la temperatura, Baño IV y Baño IX (6% s.p.f. producto microencapsulado y 1% s.p.f. resina acrílica). Las micrografías están realizadas a 1180 y 1200 aumentos

En los baños de productos de la *figura 4.3.9.* se emplean cantidades de productos recomendadas por las casas comerciales para la aplicación por agotamiento, por ello, si se compara con la *figura 4.3.8.*, se observa menor cantidad de microcápsulas entre las fibras del tejido de algodón. Al analizar las micrografías de la *figura 4.3.9.*, se observa que al emplear temperaturas de 80°C (B.IX - 80°C) algunas de las microcápsulas están vacías, mientras que empleando temperaturas de trabajo de 60°C (B.IV - 60°C), las microcápsulas mantiene prácticamente su forma esférica.

Las *figuras 4.3.3.* y *4.3.6.*, correspondientes al estado de estos baños (IV y IX) antes y después de las aplicaciones a 60°C y 80°C respectivamente, no proporcionaban suficiente información sobre la influencia de la temperatura de trabajo en la estabilidad de los productos microencapsulados, con la *figura 4.3.9.*, sí se observa influencia de la temperatura en el estado de las microcápsulas depositadas sobre el tejido de algodón.

- **Estudio comparativo tejidos resultantes aplicación BAÑOS V –X.** Compuestos por: 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20. Temperatura de curado de la resina, 22°C, temperatura ambiente.

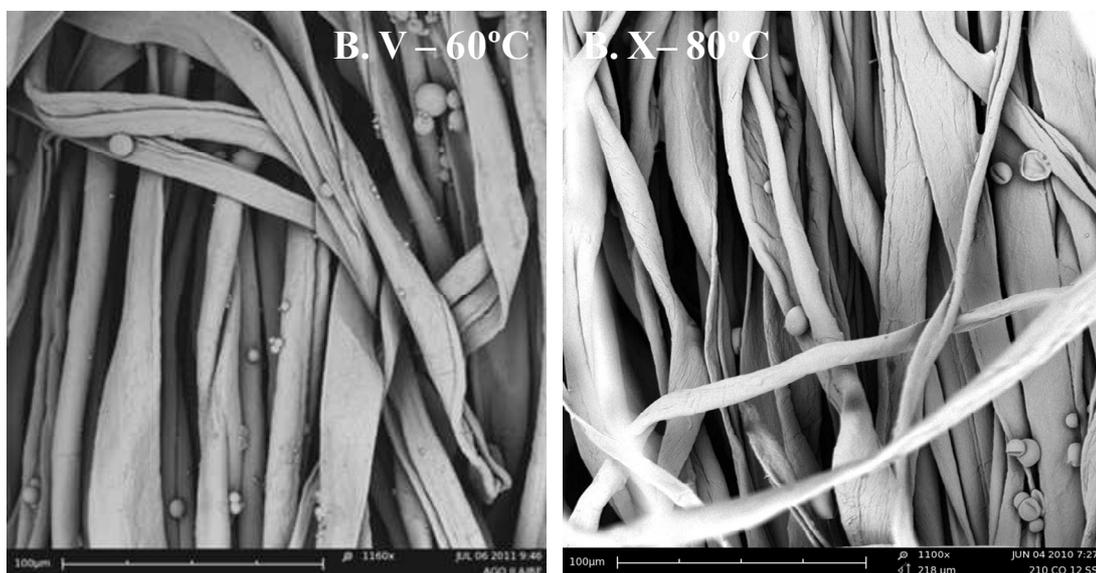


Fig. 4.3.10. Micrografías estudio comparativo influencia de la temperatura, Baño V y Baño X (12% s.p.f. producto microencapsulado y 2% s.p.f. resina acrílica). Las micrografías están realizadas a 1160 y 1100 aumentos

En la *figura 4.3.10.* también se emplean cantidades de productos recomendadas por las casas comerciales para la aplicación por agotamiento, las cantidades de productos son el doble que las utilizadas en la *figura 4.3.9.* En el análisis de las micrografías (*figura 4.3.10.*) se observa que a 60°C (B.V - 60°C) las microcápsulas presentan forma esférica, mientras que al emplear temperaturas de trabajo de 80°C, ésta afecta a su estabilidad tal y como se observa en la micrografía (B.X - 80°C).

Las *figuras 4.3.4. y 4.3.7.,* correspondientes al estado de estos baños (V y X) antes y después de las aplicaciones a 60°C y 80°C respectivamente, no proporcionaban suficiente información sobre la influencia de la temperatura de trabajo en la estabilidad de los productos microencapsulados, con la información facilitada por la *figura 4.3.10.,* sí se observa esta influencia, al igual que ocurre en las *figura 4.3.8. y 4.3.9.*

4.3.2.1.1. CONCLUSIONES PARCIALES

A la vista de las conclusiones extraídas de la observación de las imágenes del *apartado 4.3.2.1., Optimización temperatura de trabajo,* se considera 60°C como temperatura óptima de trabajo para poder aplicar productos comerciales microencapsulados por agotamiento. La casa comercial del producto microencapsulado no recomienda trabajar a temperaturas superiores a 70°C, hecho que se corrobora con las conclusiones extraídas de que 60°C es una temperatura óptima de trabajo. Cabe recordar que en el interior de las microcápsulas se encuentra un producto volátil, aroma, que puede ver afectada su estabilidad por la acción de la temperatura.

4.3.2.1.2. ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD DE LOS PRODUCTOS COMERCIALES FRENTE A LA TEMPERATURA

En el apartado anterior se ha demostrado que el empleo de temperaturas de trabajo de 80°C durante 40 minutos afecta a la estabilidad de los productos comerciales microencapsulados, esta demostración se ha basado en conocer el estado de los baños de productos antes y después de la aplicación y sobre el tejido una vez han sido aplicados.

El presente apartado tiene por objeto profundizar en la investigación llevada a cabo anteriormente (*apartado 4.3.2.1. Optimización temperatura de trabajo*) centrándose en el comportamiento que presentan los baños antes y después de la aplicación mediante su análisis con el contador de partículas. Para la investigación se utilizan los mismos baños de productos que en la *tabla 4.3.6*, además de baños compuestos únicamente por el producto comercial o por la resina utilizada como ligante. Se utiliza una relación de baño, R_b , de 1/20.

En la siguiente tabla se muestran las concentraciones de los baños empleados en esta parte de la investigación, así como la temperatura a la que han sido aplicados:

<i>Baño</i>	<i>Prod. Microencaps. (% s.p.f.)</i>	<i>Resina (% s.p.f.)</i>	<i>Temp. Aplicac. (°C)</i>
I	240	40	60
II	240	-	60
III	-	40	60
IV	6	1	60
V	12	2	60
VI	240	40	80
VII	240	-	80
VIII	-	40	80
IX	6	1	80
X	12	2	80

Tabla 4.3.7. Condiciones baños estudio estabilidad productos comerciales

El estudio se basa en comparar los resultados obtenidos mediante el contador de partículas, correspondientes al análisis de baños que emplean las mismas

concentraciones de productos y relaciones de baño, pero distintas temperaturas de trabajo, se analiza tanto el baño inicial como el baño final después de la aplicación.

- **Estudio comparativo aplicación BAÑOS I – VI.** Compuestos por: 240% s.p.f. de producto microencapsulado y 40% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20.

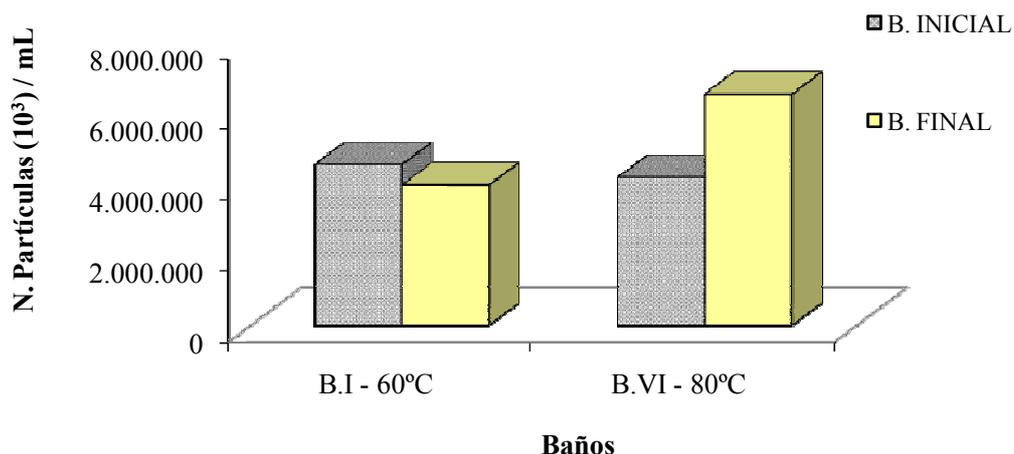


Fig. 4.3.11. Estudio comparativo número de partículas, Baño I y Baño VI (240% s.p.f. producto microencapsulado y 40% s.p.f. resina acrílica), inicial y final

Al analizar la *figura 4.3.11.*, se observa en el Baño VI (B.VI - 80°C) que la cantidad de partículas en el baño final es superior al baño inicial, resultado no esperado.

Los resultados obtenidos al aplicar temperaturas de 60°C (B.I - 60°C) son los que cabría esperar, durante la aplicación las partículas se depositan sobre el tejido y por eso se observa que el valor de las mismas en el baño final es inferior al baño inicial.

- **Estudio comparativo aplicación BAÑOS IV – IX.** Compuestos por: 6% s.p.f. de producto microencapsulado y 1% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20.

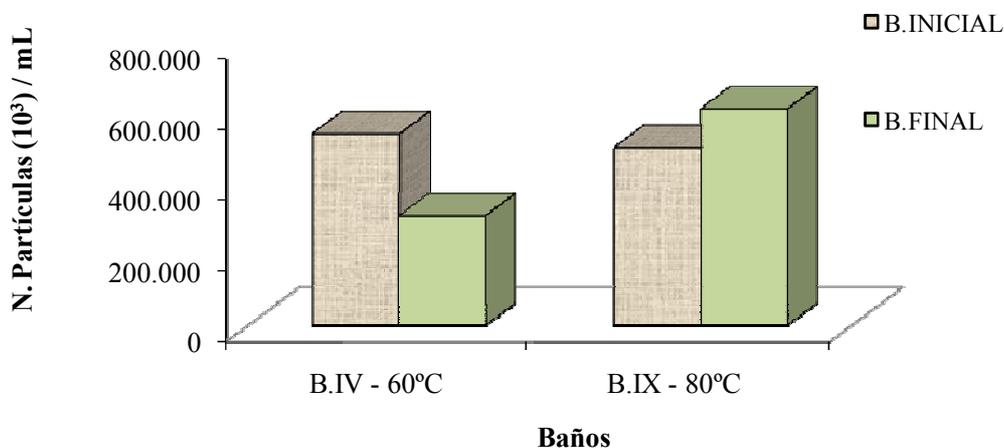


Fig. 4.3.12. Estudio comparativo número de partículas, Baño IV y Baño IX (6% s.p.f. producto microencapsulado y 1% s.p.f. resina acrílica), inicial y final

Los resultados obtenidos en la *figura 4.3.12.* siguen la misma tendencia que los obtenidos en la *figura 4.3.11.*, a 60°C (B.IV - 60°C) la cantidad de partículas en el baño final es inferior al inicial, ello indica que el resto de partículas se han depositado sobre el tejido. A 80°C (B. IX - 80°C) se produce un incremento en el número de partículas del baño final respecto al baño inicial, este hecho corrobora los resultados obtenidos en el apartado anterior (*apartado 4.3.2.1. Optimización temperatura de trabajo*), a 80°C los productos microencapsulados ven afectada su estabilidad.

Cabe destacar que los tejidos antes del proceso se han sometido a una serie de lavados previos (*apartado 4.3.1.; Tratamiento previo de los tejidos*) a fin de eliminar todas las impurezas que pudieran contener y éstas no interfieran en las medidas.

- **Estudio comparativo aplicación BAÑOS V – X.** Compuestos por: 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20.

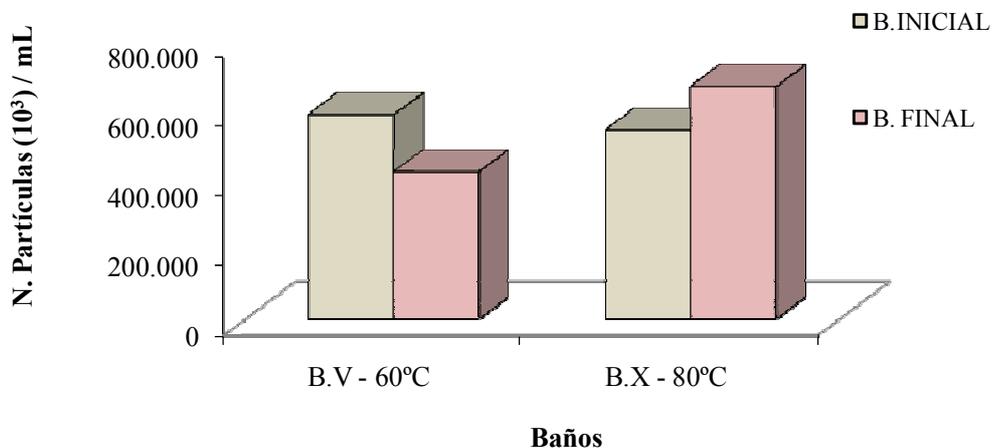


Fig. 4.3.13. Estudio comparativo número de partículas, Baño V y Baño X (12% s.p.f. producto microencapsulado y 2% s.p.f. resina acrílica), inicial y final

Al analizar la figura 4.3.13., se observa que los resultados obtenidos siguen la misma tendencia que los resultados de las figuras 4.3.11. y 4.3.12., el empleo de temperaturas de 80°C provoca un incremento en el número de partículas del baño final.

- **Estudio comparativo aplicación BAÑOS III – VIII.** Compuestos por: 40% s.p.f. de resina acrílica. Relación de baño 1/20.

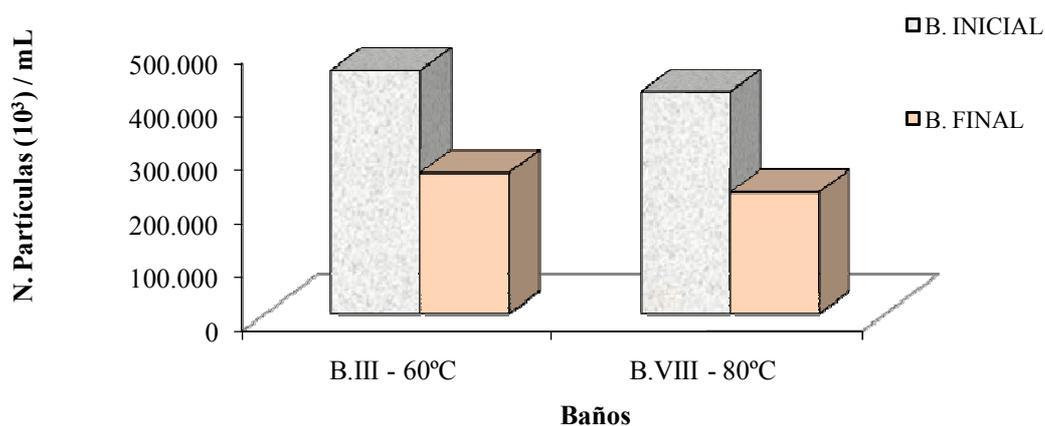


Fig. 4.3.14. Estudio comparativo número de partículas, Baño III y Baño VIII (40% s.p.f. resina acrílica), inicial y final

La *figura 4.3.14.*, muestra los resultados del análisis en aquellos baños en los que solamente se utiliza resina acrílica en concentraciones de 40% s.p.f. A diferencia de las figuras anteriores (*figuras 4.3.11., 4.3.12. y 4.3.13.*), al emplear temperaturas de 80°C (B. VIII - 80°C), los valores en el baño final son inferiores a los del baño inicial, ello indica que la resina utilizada como ligante no ve afectada su estabilidad por trabajar con estos valores de temperatura. También se puede afirmar que el tratamiento a 80°C no implica que el tejido genere partículas propias.

- **Estudio comparativo aplicación BAÑOS II – VII.** Compuestos por: 240% s.p.f. de producto microencapsulado. Relación de baño 1/20.

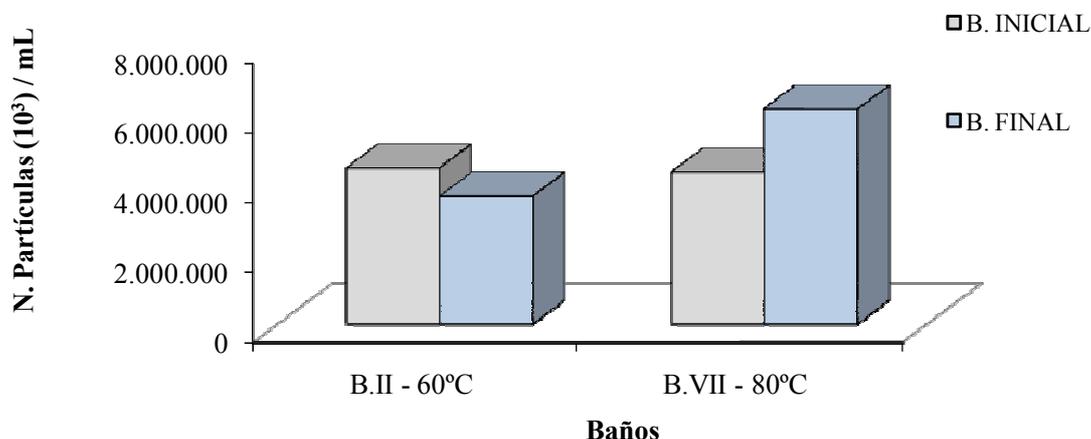


Fig. 4.3.15. Estudio comparativo número de partículas, Baño II y Baño VII (240% s.p.f. producto microencapsulado), inicial y final

En la *figura 4.3.15.* los resultados obtenidos siguen la misma tendencia que en las *figuras 4.3.11., 4.3.12. y 4.3.13.*, a 80°C (B.VII - 80°C) el número de partículas en el baño final es superior al inicial, mientras que a 60°C (B. II - 60°C) los resultados obtenidos son los que cabía esperar, disminución del número de partículas del baño final.

Dado que en la *figura 4.3.14.* se demuestra que la resina no ve afectada su estabilidad al emplear temperaturas de 60 y 80°C y que no es desde el tejido de donde proceden las partículas, la tendencia de los valores de las *figuras 4.3.11., 4.3.12., 4.3.13.*

y 4.3.15. al emplear temperaturas de 80°C, se debe al comportamiento del producto microencapsulado.

4.3.2.1.2.1. CONCLUSIONES PARCIALES

Con los resultados obtenidos en el apartado anterior y en el *apartado 4.3.2.1. (Optimización temperatura de trabajo)*, queda demostrado que el empleo de temperaturas de 80°C afecta a la estabilidad del producto microencapsulado, estableciéndose como temperatura óptima de trabajo **60°C**.

Así mismo, la resina utilizada como ligante no ve alterado su comportamiento empleando temperaturas de 80°C.

4.3.2.2. OPTIMIZACIÓN TEMPERATURA DE CURADO DE LA RESINA

Las microcápsulas no presentan afinidad por las fibras, de ello deriva la necesidad de utilizar ligantes para fijar las microcápsulas a las fibras del tejido para que éstas permanezcan sobre el mismo durante el mayor tiempo posible. Las resinas contienen grupos autorreticulantes que reaccionan al calor provocando la fijación de la película de ligante entre las fibras del tejido.

La casa comercial de la resinas recomienda emplear temperaturas entre 120-150°C. Teniendo en cuenta investigaciones previas [5] en las que se demostró que empleando temperaturas superiores a 120°C las microcápsulas perdían su principio activo y a partir de 300°C la membrana polimérica se degradaba, se decide estudiar la influencia de tres temperaturas: **ambiente (22°C), 85°C y 110°C**.

La composición y condiciones de aplicación de los tres baños que han sido utilizados en esta parte de la investigación son las siguientes:

Baño	Prod. Microencaps. (% s.p.f.)	Resina (% s.p.f.)	Relación baño R_b	Temp. Aplicac. (°C)	Temp. Curado (°C)
I	240	40	1/20	60	22, 85, 110
III	-	40	1/20	60	22, 85, 110
V	12	2	1/20	60	22, 85, 110

Tabla 4.3.8. Condiciones aplicación optimización temperatura curado

El hecho de utilizar estos tres baños de productos se debe a que el primer Baño (I) contiene elevada cantidad de microcápsulas y resina, y de este modo en el estudio mediante microscopía electrónica se puede observar si los productos se ven afectados por el empleo de las temperaturas seleccionadas; el Baño III utiliza sólo resina y en cantidades elevadas, por lo que su presencia y estabilidad podrá ser estudiada por microscopía electrónica; y el Baño V está compuesto por cantidades de productos recomendadas por las casas comerciales para la aplicación por agotamiento.

En primer lugar se muestran las imágenes obtenidas por microscopía electrónica (figura 4.3.16.) tras aplicar a 60°C el baño de productos I (compuesto por 240 % s.p.f. de producto microencapsulado y 40% s.p.f. de resina acrílica, relación de baño 1/20) secado a 60°C y posterior curado a 22°C, 85°C y 110°C. Se observa la elevada cantidad de microcápsulas presentes entre las fibras del tejido de algodón, cabe recordar que la concentración de productos utilizada es la misma que en la aplicación por impregnación, es decir, son cantidades considerablemente elevadas para ser aplicadas por agotamiento.

Las resinas utilizadas como ligantes precisan de un tratamiento posterior de activación térmica tras el proceso de aplicación, basado en el secado y posterior curado. Si se emplean temperaturas de 22°C, los grupos autorreticulantes no reciben la acción del calor y tardarían mucho tiempo en poder fijar las microcápsulas.

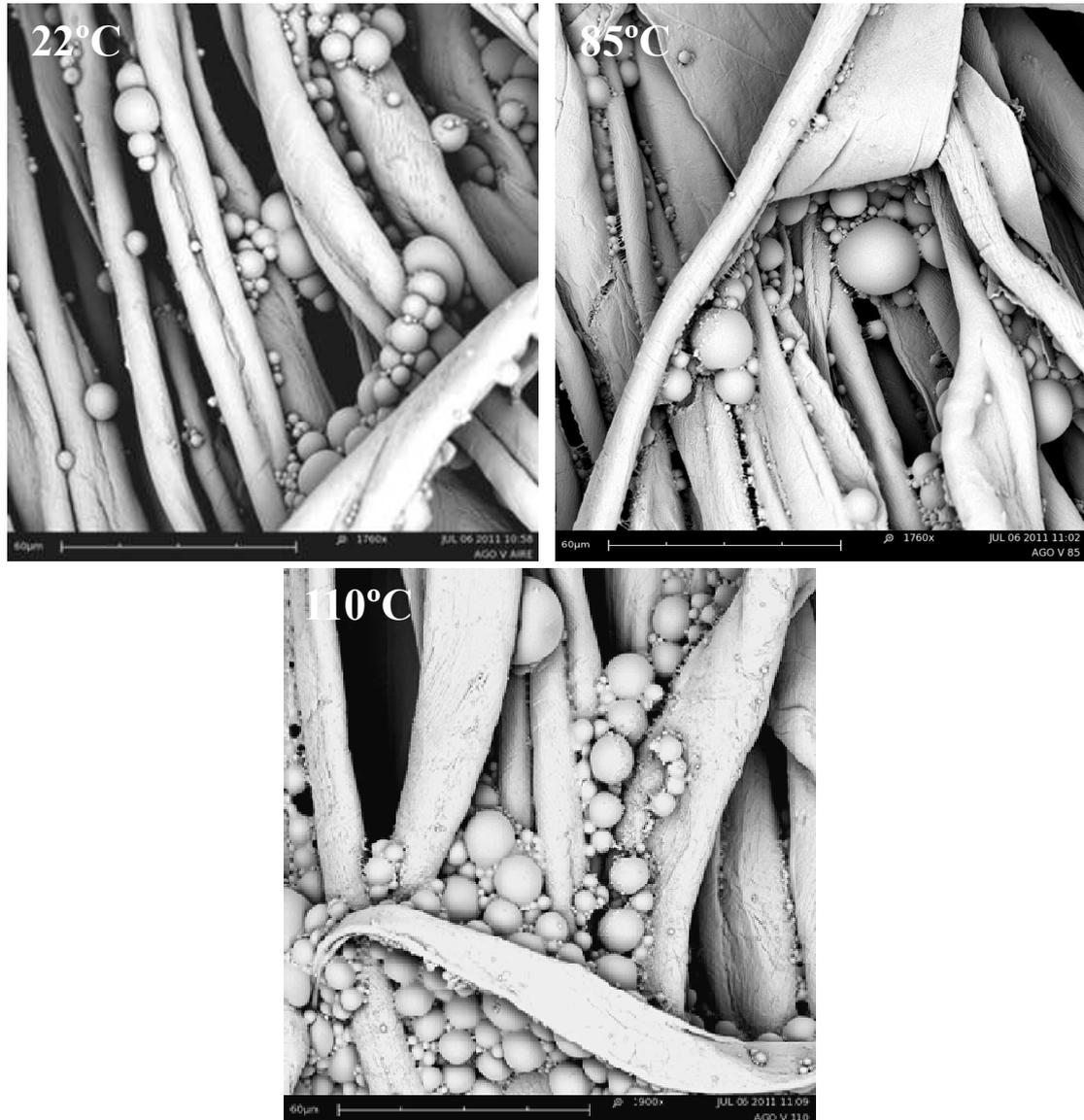
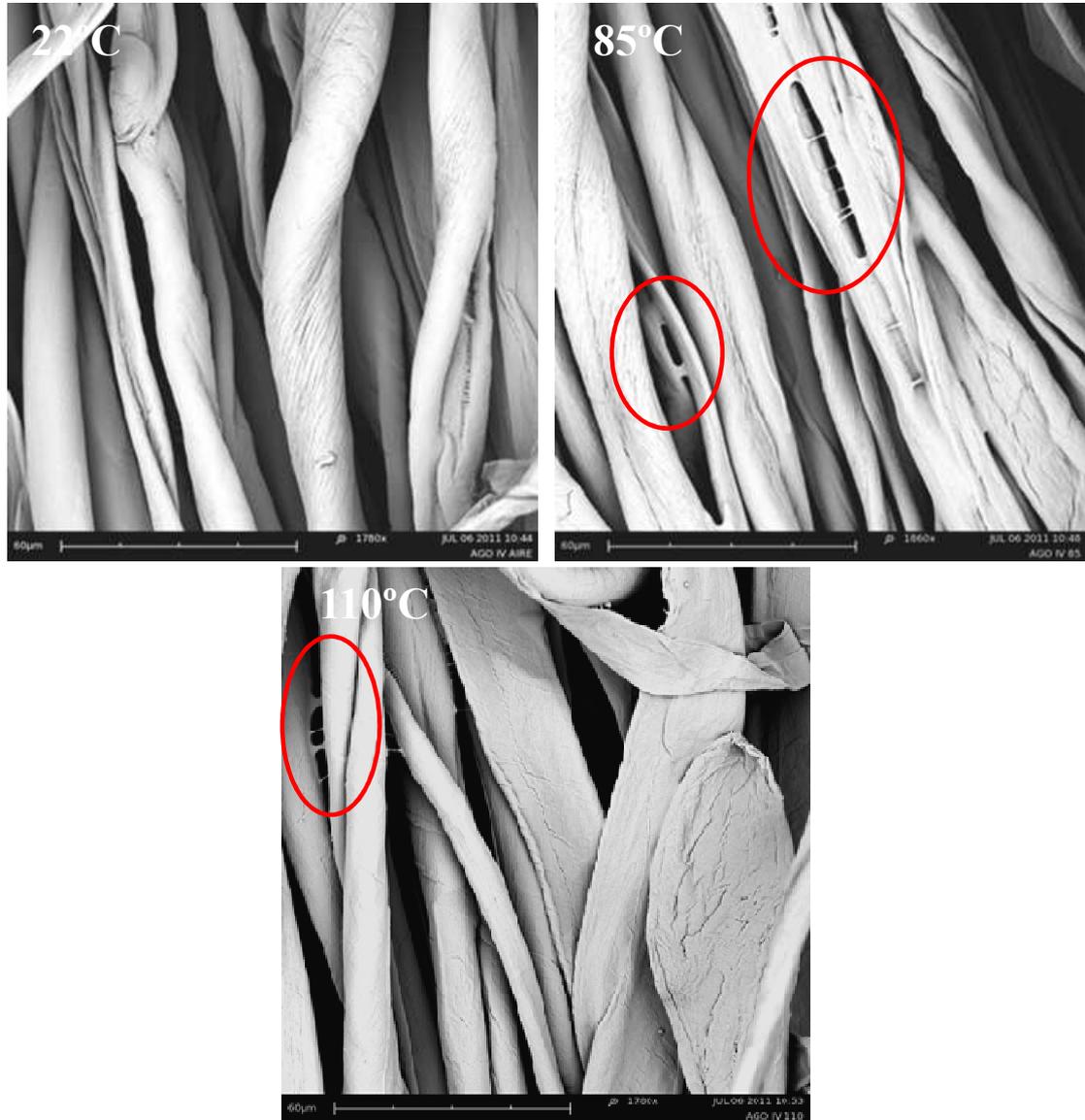


Fig. 4.3.16. Estudio comparativo distintas temperaturas de curado, tejido de algodón aplicación 60°C Baño I: 240% s.p.f. producto microencapsulado y 40% s.p.f. resina, R_b 1/20. Las micrografías están realizadas a 1760 y 1900 aumentos

Al comparar las tres micrografías de la *figura 4.3.16.*, se aprecia presencia de resina entre las microcápsulas cuando se emplean temperaturas de curado de 85 y 110°C respectivamente, a 22°C no se observa esta presencia. Si se comparan las micrografías que utilizan 85 y 110°C, a 110°C no se observan diferencias significativas entre ambas en cuanto a la presencia de resina (aumentos 1760 y 1900).

Las micrografías obtenidas por microscopía electrónica tras aplicar a 60°C el baño de productos III (compuesto por 40% s.p.f. de resina acrílica, relación de baño 1/20) secado a 60°C y posterior curado a 22°C, 85°C y 110°C, son las siguientes:

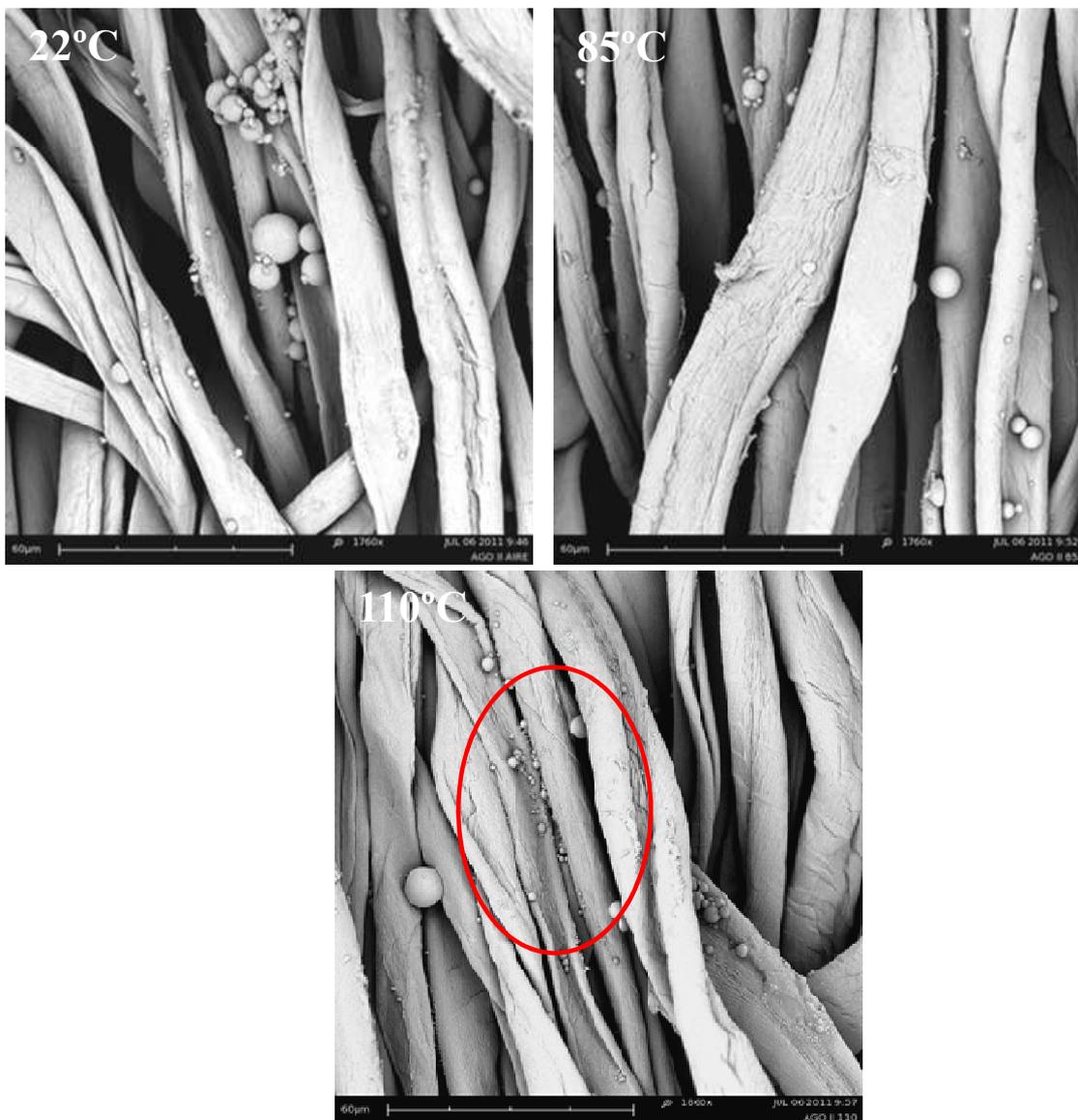


**Fig. 4.3.17. Estudio comparativo distintas temperaturas de curado, tejido de algodón aplicación 60°C
Baño III: 40% s.p.f. resina, R_b 1/20.
Las micrografías están realizadas a 1780 y 1860 aumentos**

Al analizar la *figura 4.3.17.*, se observa que al emplear temperaturas de 85 y 110°C la resina ha polimerizado como consecuencia de la activación térmica de la misma, ésta se sitúa entre las fibras de algodón. A 22°C no se aprecia presencia de

resina, tal y como cabe esperar, ya que al no aplicar calor no se produce la polimerización de la misma.

Las imágenes obtenidas por microscopía electrónica tras aplicar a 60°C el baño de productos V (compuesto por 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina acrílica, relación de baño 1/20) secado a 60°C y posterior curado a 22°C, 85°C y 110°C, son las siguientes:



**Fig. 4.3.18. Estudio comparativo distintas temperaturas de curado, tejido de algodón aplicación 60°C
Baño V: 12% s.p.f. producto microencapsulado y 2% s.p.f. resina, R_b 1/20.
Las micrografías están realizadas a 1760 y 1860 aumentos**

Al comparar las *figuras 4.3.16. y 4.3.18.*, se observa menor presencia de producto microencapsulado y prácticamente no se observa presencia de resina en la *figura 4.3.18.*, cabe destacar que las concentraciones de productos utilizadas, son las recomendadas por la casa comercial de los productos para la aplicación por agotamiento. Si se comparan las tres micrografías de la *figura 4.3.18.*, a 110°C puede apreciarse entre las microcápsulas de menores diámetros presencia de resina.

4.3.2.2.1. CONCLUSIONES PARCIALES

La casa comercial de la resina utilizada como ligante recomienda realizar el tratamiento térmico de la misma entre 120 - 150°C; en el apartado anterior, *4.3.2.1.1., Estudio de la estabilidad de los productos comerciales frente a la temperatura*, se ha demostrado que trabajando a temperaturas de 80°C durante la aplicación, alrededor de 40 minutos, la resina no ve afectada su estabilidad, mientras que el producto comercial microencapsulado sí se ve alterado trabajando a estas temperaturas.

A 110°C, temperatura más próxima a la recomendada, no se produce un deterioro del producto comercial microencapsulado, y que en vista de la necesidad de un tratamiento de activación térmica para conseguir un reticulado de la resina y con ello el anclaje de las microcápsulas al tejido, se considera la temperatura de curado de 110°C como temperatura óptima de trabajo. A 85°C tampoco se ve afectada la estabilidad del producto comercial microencapsulado, pero la activación térmica no es tan enérgica como al emplear temperaturas superiores a 100°C, más próximas a las recomendadas por la casa comercial del producto.

4.3.2.3. INFLUENCIA DE LA RELACIÓN DE BAÑO

El presente apartado de la investigación se ha centrado en estudiar la influencia de la relación de baño en la deposición de productos microencapsulados sobre sustratos textiles de algodón. Se utilizan relaciones de baño de 1/20 y 1/40, siempre empleando la misma cantidad de tejido de algodón.

Para la investigación se emplean los siguientes baños de productos:

<i>Baño</i>	<i>Prod. Microencaps. (% s.p.f.)</i>	<i>Resina (% s.p.f.)</i>	<i>Relación baño R_b</i>
I	240	40	1/20
II	240	-	1/20
III	-	40	1/20
IV	6	1	1/20
V	12	2	1/20
XI	240	40	1/40
XII	240	-	1/40
XIII	-	40	1/40
XIV	6	1	1/40
XV	12	2	1/40

Tabla 4.3.9. Condiciones baños estudio de la relación de baño

En primer lugar se realiza un estudio comparativo entre imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica (SEM), de baños que utilizan las mismas concentraciones de productos pero distintas relaciones de baños. Se ha demostrado en el apartado 4.3.2.1, *Optimización temperatura de trabajo, que 60°C es la temperatura óptima de trabajo*, por lo que el presente estudio sólo se centrará en estudiar la influencia de la relación de baño al trabajar durante el proceso de aplicación a esta temperatura, 60°C, durante 40 minutos. La temperatura de curado de la resina utilizada es de 110°C.

Esta primera parte de resultados, muestra las imágenes de los tejidos de algodón a los que se les ha aplicado baños de productos recomendados por las casas comerciales,

es decir, 6 y 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 1 y 2% s.p.f. de resina respectivamente.

- **Estudio comparativo tejidos resultantes aplicación BAÑOS IV – XIV.**
Compuestos por: 6% s.p.f. de producto microencapsulado y 1% s.p.f. de resina acrílica. Temperatura de trabajo 60°C, temperatura de curado de la resina, 110°C.

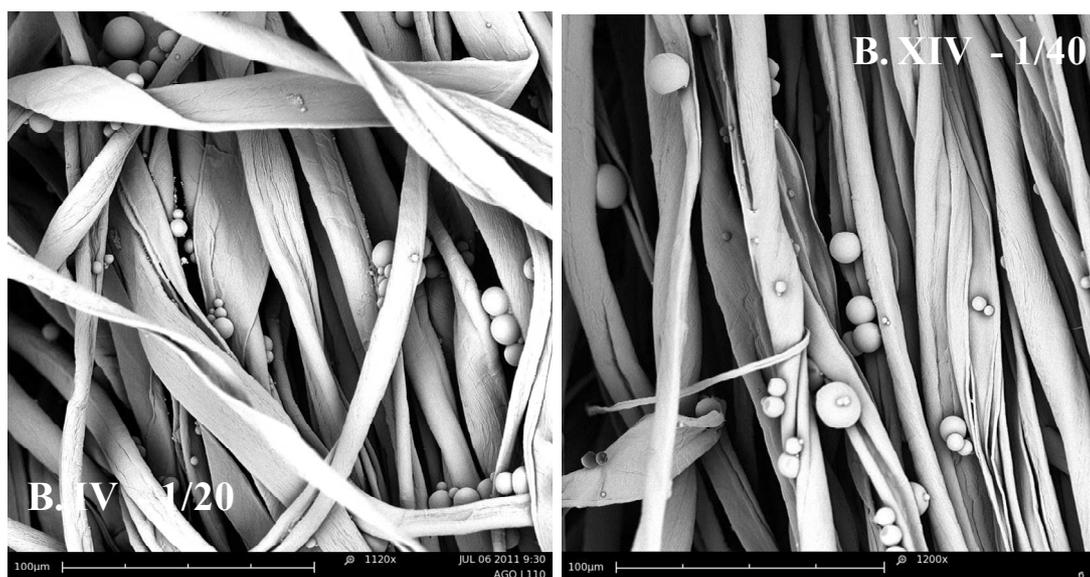


Fig. 4.3.19. Micrografías estudio comparativo influencia de la relación de baño, Baño IV y Baño IX (6% s.p.f. producto microencapsulado y 1% s.p.f. resina acrílica). Las micrografías están realizadas a 1120 y 1200 aumentos

El análisis de la *figura 4.3.19.*, permite observar diferencias entre ambas imágenes, en la micrografía del Baño XIV - 1/40 se aprecia menor cantidad de microcápsulas entre las fibras del tejido de algodón y parte de ellas han perdido su forma esférica.

Al emplear relaciones de baño de 1/40, utilizando la misma cantidad de materia, se incrementa el volumen de baño y se mantiene constante la concentración de productos. En aquellos baños que se utilizan relaciones de baño de 1/40, las microcápsulas pueden verse afectadas por el incremento de la cantidad de agua en el baño de tratamiento, con la consiguiente pérdida de principio activo de las mismas al

entrar en contacto con el agua del baño durante el tiempo de tratamiento de 40 minutos (hecho que queda demostrado en *apartado 5.1. Caracterización de productos comerciales*).

- **Estudio comparativo tejidos resultantes aplicación BAÑOS V – XV.** Compuestos por: 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina acrílica. Temperatura de trabajo 60°C, temperatura de curado de la resina, 110°C.



Fig. 4.3.20. Micrografías estudio comparativo influencia de la relación de baño, Baño V y Baño XV (12% s.p.f. producto microencapsulado y 2% s.p.f. resina acrílica). Las micrografías están realizadas a 1140 aumentos

Al igual que en la *figura 4.3.19.*, en la micrografía correspondiente al Baño XV - 1/40 (*figura 4.3.20.*), se observa menor cantidad de microcápsulas entre las fibras de algodón y éstas prácticamente no presentan forma esférica.

El análisis de las imágenes no permite cuantificar la diferencia que existe entre el número de microcápsulas depositadas al utilizar una relación de baño de 1/20 ó 1/40, tan sólo nos permite observar que al aplicar relaciones de baño de 1/40, el número de microcápsulas entre las fibras del tejido es menor. Para poder determinar si realmente existen diferencias entre el empleo de las dos relaciones de baño (1/20 y 1/40), se

recurre a el análisis de cada uno de los baños iniciales de productos descritos en la *tabla 4.3.9.*

El estudio comparativo entre baños se realiza en aquellos que utilizan las mismas concentraciones de productos, pero difieren en la relación de baño. Se analizan los baños iniciales de productos para poder conocer el número de partículas de partida y así poder establecer diferencias.

- **Estudio comparativo aplicación BAÑOS I – XI.** Compuestos por: 240% s.p.f. de producto microencapsulado y 40% s.p.f. de resina acrílica.

Baños	Prod. Microencaps. (% s.p.f.)	Resina (% s.p.f.)	Relación baño R_b	N. partículas $((10^3)/mL)$
I	240	40	1/20	4.568.533
XI	240	40	1/40	4.197.600

Tabla. 4.3.10. Estudio comparativo número de partículas, Baño I y Baño XI (240% s.p.f. producto microencapsulado y 40% s.p.f. resina), inicial

Al analizar los resultados obtenidos en la *tabla 4.3.10.*, se observa una diferencia en los valores del número de partículas, al emplear relaciones de baño de 1/40 (Baño XI), se parte de un número de partículas inferior que si se utilizan relaciones de baño de 1/20 (Baño I).

- **Estudio comparativo aplicación BAÑOS II – XII.** Compuestos por: 240% s.p.f. de producto microencapsulado

Baños	Prod. Microencaps. (% s.p.f.)	Resina (% s.p.f.)	Relación baño R_b	N. partículas $((10^3)/mL)$
II	240	-	1/20	4.492.100
XII	240	-	1/40	4.365.633

Tabla. 4.3.11. Estudio comparativo número de partículas, Baño II y Baño XII (240% s.p.f. producto microencapsulado), inicial

Los resultados de la *tabla 4.3.11.* también muestran diferencias en los valores iniciales de partículas en función de la relación de baño, pero esta diferencia no es muy significativa.

- **Estudio comparativo aplicación BAÑOS III – XIII.** Compuestos por: 40% s.p.f. de resina acrílica.

Baños	Prod. Microencaps. (% s.p.f.)	Resina (% s.p.f.)	Relación baño R_b	N. partículas $((10^3)/mL)$
III	-	40	1/20	456.933
XIII	-	40	1/40	416.767

Tabla. 4.3.12. Estudio comparativo número de partículas, Baño III y Baño XIII (40% s.p.f. resina acrílica), inicial

Los resultados obtenidos (*tabla 4.3.12.*) siguen la misma tendencia que los de las tablas anteriores (*tabla 4.3.10.* y *4.3.11.*).

- **Estudio comparativo aplicación BAÑOS IV – XIV.** Compuestos por: 6% s.p.f. de producto microencapsulado y 1% s.p.f. de resina acrílica.

Baños	Prod. Microencaps. (% s.p.f.)	Resina (% s.p.f.)	Relación baño R_b	N. partículas $((10^3)/mL)$
IV	6	1	1/20	542.267
XIV	6	1	1/40	503.067

Tabla. 4.3.13. Estudio comparativo número de partículas, Baño IV y Baño XIV (6% s.p.f. producto microencapsulado y 1% s.p.f. resina acrílica), inicial

El análisis del número de partículas iniciales, muestra que utilizando relaciones de baño de 1/20, se parte de un número de partículas en el baño inicial ligeramente superior.

- **Estudio comparativo aplicación BAÑOS V –XV.** Compuestos por: 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina acrílica.

Baños	Prod. Microencaps. (% s.p.f.)	Resina (% s.p.f.)	Relación baño R_b	N. partículas (10^3)/mL
V	12	2	1/20	589.367
XV	12	2	1/40	545.167

Tabla. 4.3.14. Estudio comparativo número de partículas, Baño IV y Baño XV (6% s.p.f. producto microencapsulado y 1% s.p.f. resina acrílica), inicial

Utilizando concentraciones recomendadas por las casas comerciales para la aplicación por agotamiento (tabla 4.3.14.) también se muestran diferencias en los valores iniciales de partículas en función de la relación de baño, pero esta diferencia no es muy significativa. Los resultados obtenidos en las tablas 4.3.13. y 4.3.14. corroboran la información proporcionada por las imágenes obtenidas por microscopía (figuras 4.3.19. y 4.3.20.).

4.3.2.3.1. CONCLUSIONES PARCIALES

Las imágenes obtenidas por microscopía han mostrado que al emplear relaciones de baño de 1/40 se observa menor cantidad de microcápsulas sobre el tejido.

La casa comercial del producto microencapsulado recomienda trabajar para la aplicación por agotamiento con relaciones de baño de 1/10 - 1/20. Los resultados obtenidos en el apartado anterior, 4.3.2.3. *Influencia de la relación de baño*, (figuras 4.3.19. y 4.3.20.) muestran que al emplear relaciones de baño de 1/40 las microcápsulas se ven afectadas por el incremento de la cantidad de agua en el baño de tratamiento, con la consiguiente pérdida de principio activo de las mismas al entrar en contacto con el agua del baño durante el tiempo de tratamiento de 40 minutos (hecho que queda demostrado en apartado 5.1. *Caracterización de productos comerciales*). Por ello, se considera 1/20 como relación de baño óptima para la aplicación de productos microencapsulados por agotamiento.

4.3.2.4. OPTIMIZACIÓN CONCENTRACIÓN DE PRODUCTOS

A lo largo de la investigación en la aplicación de productos microencapsulados por agotamiento, se han estudiado y optimizado parámetros del proceso como la temperatura de aplicación (60°C), temperatura de curado de la resina (110°C), y se ha estudiado la influencia de la relación de baño, estableciéndose 1/20 como relación de baño a utilizar en la aplicación. El presente apartado tiene por objeto determinar las cantidades óptimas de productos comerciales a utilizar, tanto de producto microencapsulado como de resina utilizada como ligante.

En estos nuevos ensayos y ante la escasa cantidad de producto comercial microencapsulado del que disponemos y con el fin de evitar pérdidas de principio activo, se utiliza un nuevo lote de producto comercial microencapsulado y el mismo lote de resina que se ha empleado a lo largo de esta parte de la investigación:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 4
Resina Center STK-100	STK-100

Tabla 4.3.15. Referencias productos comerciales utilizados

Como sustratos textiles se han utilizado tejidos de algodón 100% cuyas características son:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref. Tejidos</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	
Algodón	210	CALADA	(3) Co 210

Tabla 4.3.16. Características y referencias tejido utilizado

La composición de cada uno de los baños objetos de estudio se muestra en la *tabla 4.3.17.*, todos los baños se han aplicado a 60°C, con una relación de baño de 1/20, y la temperatura de curado de la resina ha sido de 110°C.

Baño	Prod. Microencaps. (% s.p.f.)	Resina (% s.p.f.)
A	6	-
B	12	-
C	24	-
D	48	-
E	96	-
F	192	-
G	240	-
H	6	1
I	12	2
J	24	4
K	48	8
L	96	16
M	192	32
N	240	40

Tabla 4.3.17. Composición baños de productos objeto de estudio

La tabla 4.3.17. se divide en dos partes claramente diferenciadas por la división de la línea de color rojo. Los baños que sólo utilizan producto microencapsulado (A hasta G), y aquellos compuestos de producto comercial microencapsulado y de resina (desde H hasta N). A lo largo de este apartado de la investigación se realizarán siempre dos estudios comparativos, el primero se centrará en los baños que sólo contienen el producto comercial (A hasta G), y el segundo en aquellos formados por las microcápsulas y la resina (H hasta N).

En primer lugar se muestran las micrografías de los tejidos de algodón obtenidas por microscopia electrónica una vez se les ha aplicado los baños de productos. La primera figura (figura 4.3.21.) muestra las micrografías de los baños desde el A hasta el G, compuestos sólo por el producto comercial microencapsulado.

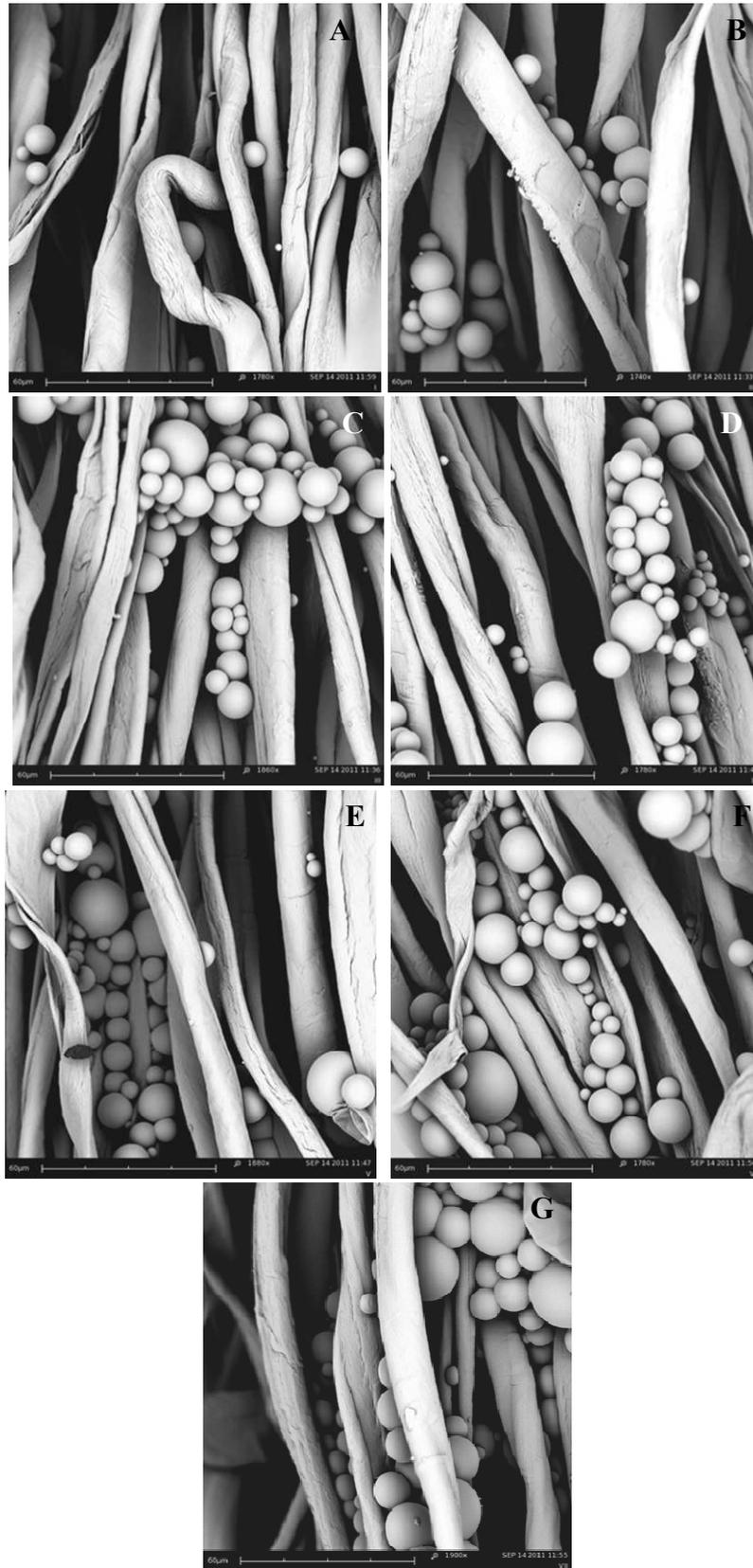


Fig.4.3.21. Microfotografías tejido de algodón de 210 g/m² impregnados con Baños A hasta G. Las microfografías están realizadas a 1860 aumentos

La *figura 4.3.21.*, proporciona información sobre el estado que presentan las microcápsulas, forma esférica tal y como era de esperar. Se observa también las posiciones que ocupan las microcápsulas entre las fibras del tejido de algodón, tal y como se demostró en la aplicación por impregnación en el *apartado 4.2.5, Influencia de la naturaleza de las fibras en la deposición de productos microencapsulados. Fibras filicas y fóbicas*, tienden a situarse preferencialmente en los surcos que forma la sección arriñonada de la fibra de algodón.

En la aplicación de los primeros baños de productos, A (6% s.p.f. producto microencapsulado) y B (12% s.p.f. producto microencapsulado), se observa menor cantidad de microcápsulas entre las fibras que si se compara con el resto de baños, desde C hasta G. Cabe recordar que las cantidades de 6 y 12% s.p.f. de producto microencapsulado son las recomendadas por la casa comercial del producto para la aplicación por agotamiento.

Al analizar las micrografías de la *figura 4.3.21.* desde el baño C hasta el baño G, el incremento en el número de microcápsulas sobre el tejido ya no es mucho más acusado en comparación con los baños A y B, donde el número de microcápsulas es ligeramente inferior.

La *figura 4.3.22.*, muestra las micrografías de los tejidos de algodón obtenidas por microscopía electrónica una vez se les ha aplicado los baños de productos desde el H hasta el N, compuestos por el producto comercial microencapsulado y la resina utilizada como ligante. Se observa el estado que presentan las microcápsulas, forma esférica tal y como era de esperar, y la presencia de resina a partir del baño J (24% s.p.f. de producto microencapsulado y 4% s.p.f. de resina).



Fig.4.3.22. Microfotografías tejido de algodón de 210 g/m² impregnados con Baños H hasta N. Las microfografías están realizadas a 1800 y 2000 aumentos

En la *figura 4.3.22.*, a medida que la concentración de resina se aproxima a la utilizada en la aplicación por impregnación, 40% s.p.f., su presencia entre las fibras es más notoria, baños M y N en los que se utilizan concentraciones de 32 y 40% s.p.f. respectivamente. Un exceso de resina puede afectar al tacto del tejido, siendo ésta una de las hipótesis planteadas en la aplicación por impregnación *apartado 4.2.1. Optimización cantidad de ligante*, donde se recomendaba no superar los 10 g/L de resina, es decir 40% s.p.f.

Las condiciones utilizadas en el proceso por agotamiento, 60°C como temperatura de aplicación, relación de baño de 1/20 y tiempo de ensayo de 40 minutos, no han de afectar a la estabilidad de los productos microencapsulados, y esto queda demostrado en las *figuras 4.3.21. y 4.3.22.* . En el *apartado 4.3.2.1.1. Estudio de la estabilidad de los productos microencapsulados comerciales frente a la temperatura*, se demostró que temperaturas de 80°C afectaban a la estabilidad del producto microencapsulado.

Al analizar las micrografías de la *figura 4.3.22.* desde el baño J hasta el baño N, el incremento en el número de microcápsulas sobre el tejido ya no es mucho más acusado en comparación con los baños H e I.

En el presente apartado también se realiza un análisis mediante el contador de partículas de los baños iniciales y finales después de la aplicación, los resultados obtenidos se dividen en dos figuras. La *figura 4.3.23.* corresponde al análisis de los baños desde el A hasta el G, compuestos solamente por el producto microencapsulado.

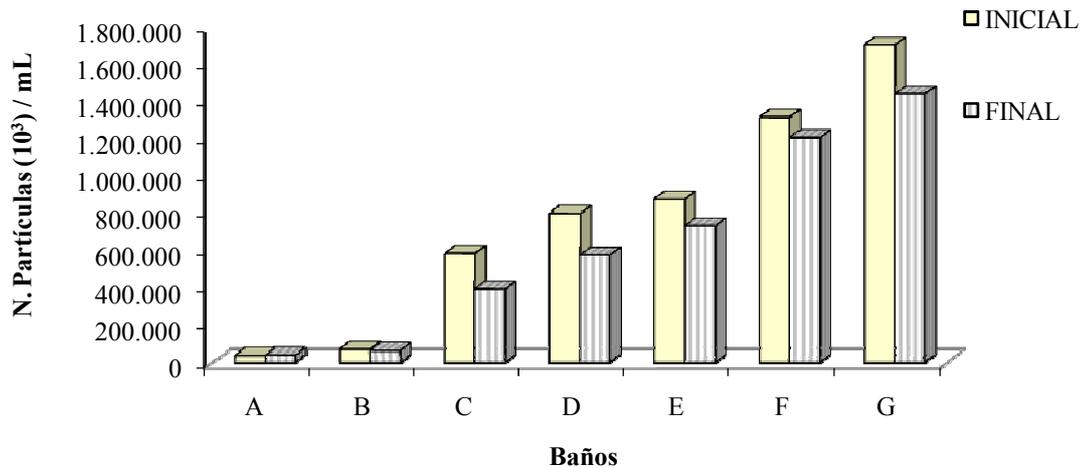


Fig.4.3.23. Número partículas baños iniciales y finales, A hasta G. Producto microencapsulado

Los resultados obtenidos en la *figura 4.3.23.* muestran que la cantidad de partículas en los baños iniciales es superior a la de los baños finales, resultados que coinciden con los esperados. Las microcápsulas presentes en el baño inicial se depositan sobre el tejido disminuyendo su número en los baños finales. Se observan diferencias en cuanto a los números de partículas a medida que se incrementan los valores de concentración y nos aproximamos a los utilizados en la aplicación por impregnación, Baño G (240% s.p.f. de producto microencapsulado).

Con los resultados obtenidos se corrobora que la realización de lavados previos de los tejidos para eliminar sus partículas propias que pasan al baño durante el proceso de agotamiento y el empleo de temperaturas de 60°C, no aportan más partículas a disoluciones de los baños finales sino que permite obtener resultados coherentes y validar el procedimiento.

La *figura 4.3.24.* corresponde al análisis de los baños desde el H hasta el N, compuestos por producto microencapsulado y resina acrílica utilizada como ligante.

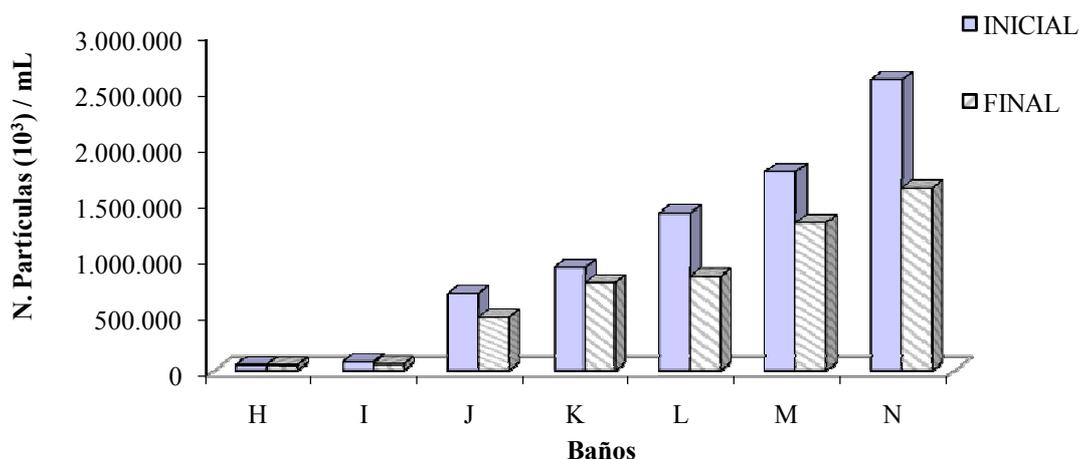


Fig.4.3.24. Número partículas baños iniciales y finales, H hasta N. Producto microencapsulado y resina acrílica

Al analizar la *figura 4.3.24.*, se observa que los datos obtenidos siguen la tendencia esperada, es decir, el número de partículas en los baños iniciales es superior a los finales, por lo que se concluye que existe deposición de producto microencapsulado en el tejido tal y como se observa en *la figura 4.3.22.* Al comparar el eje de ordenadas (N. Partículas) de las *figuras 4.3.23. y 4.3.24.*, el número de partículas en los baños iniciales de la *figura 4.3.24.* es superior a la de los iniciales de la *figura 4.3.23.* Los baños H hasta N (*figura 4.3.24.*) contienen además del producto microencapsulado la resina utilizada como ligante y esto se traduce en un incremento en el número de partículas del baño inicial.

4.3.2.4.1. CONCLUSIONES PARCIALES

A la vista de los resultados obtenidos en el apartado anterior, se concluye que empleando las mismas cantidades de productos que en la aplicación por impregnación (240% s.p.f. de producto microencapsulado y 40% s.p.f. de resina) se deposita elevada cantidad de microcápsulas entre las fibras de algodón, y a su vez, la cantidad de baño residual (*figura 4.3.24.* baño final N) también se incrementa si se compara con el resto de baños de productos (*figura 4.3.24.*). Este hecho desde el punto de vista industrial no sólo supone el empleo de mayor cantidad de productos comerciales y con ello de un

mayor gasto económico, sino que al generar mayor cantidad de vertido se requerirá de mayor consumo de energía para reducir las cargas contaminantes de las aguas residuales y esto también se traducirá en un incremento en el gasto económico.

Las cantidades recomendadas por la casa comercial de los productos, 6-12% s.p.f. de producto microencapsulado y 1-2% s.p.f. de resina ofrecen buenos resultados, pero empleando cantidades de 6% s.p.f. de producto microencapsulado y 1% s.p.f. de resina apenas se observan microcápsulas entre las fibras del tejido de algodón (Baño H, *figura 4.3.22.*), por lo que a la vista de los resultados obtenidos tanto en las imágenes de microscopía como con los análisis del contador de partículas, se puede concluir que el baño formado por 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina sería un baño óptimo. Cabe destacar que el baño que emplea 24% s.p.f. de producto microencapsulado (Baño C, *figura 4.3.21.*) y 24% s.p.f. de producto microencapsulado y 4% s.p.f. de resina (Baño J, *figura 4.3.22.*), ofrece a la vista de las micrografías mostradas en ambas imágenes (*figura 4.3.21. y 4.3.22.*) rendimientos similares a la aplicación por impregnación, es decir, a partir de este baño el incremento en el número de partículas ya no es mucho más acusado, por ello, se considera también el baño compuesto por 24% s.p.f. de producto microencapsulado y 4% s.p.f. de resina baño óptimo, que además de ofrecer rendimientos similares al proceso por impregnación, se necesita menor cantidad de productos.

En función de la aplicación final del producto al que se le incorporarán las microcápsulas por agotamiento, se utilizará la composición de un baño u otro, 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina, y 24% s.p.f. de producto microencapsulado y 4% s.p.f., cantidades de productos óptimas para la aplicación de productos comerciales por agotamiento.

En la aplicación por impregnación, *apartado 4.2.6. Influencia del gramaje del tejido*, así como en investigaciones previas [2], se demostró que el tejido de algodón a su paso por el fulard actuaba de filtro y retenía mayor cantidad de microcápsulas.

El análisis de los baños iniciales y finales mediante el contador de partículas para los baños considerados como óptimos, ha permitido corroborar que el tejido de

algodón también actúa como filtro en la aplicación por agotamiento, en la *figura 4.3.25.*, se muestra la relación entre el número de partículas de los baños iniciales y finales y sus radios.

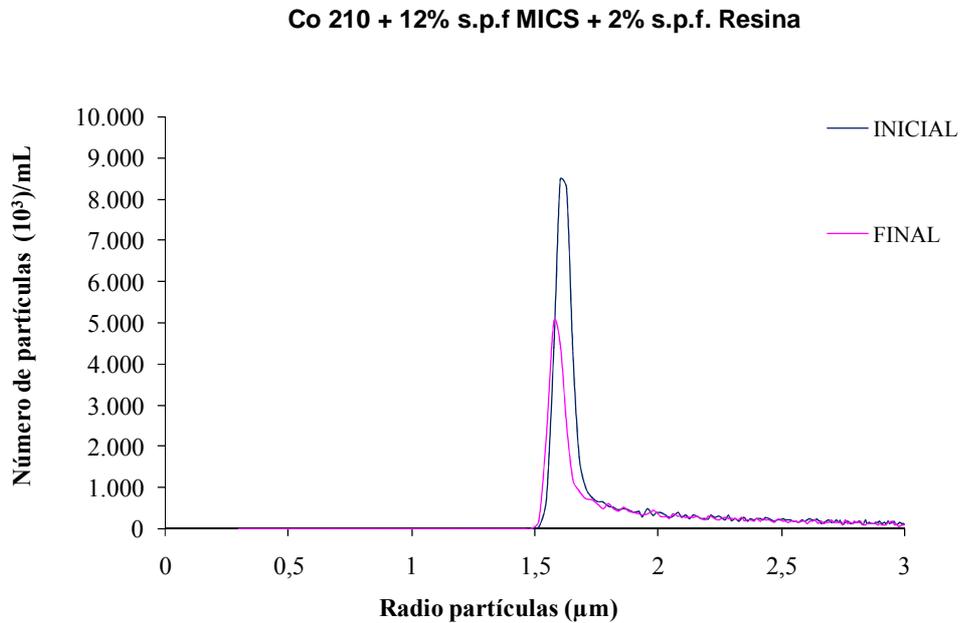


Fig.4.3.25. Representación gráfica del número de partículas en función del radio de las mismas, baño inicial y final, 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina

Los resultados de la *figura 4.3.25.*, corroboran que el tejido actúa de filtro, en el baño final existe menor cantidad de microcápsulas y se produce un desplazamiento de la curva hacia valores de radios menores en comparación con los del baño inicial, hecho que corrobora que el tejido al actuar de filtro retiene a las microcápsulas de mayores radios quedándose en el baño residual las de radios inferiores.

4.3.3. VALIDACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS

4.3.3.1. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FTIR-ATR)

La espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) se utiliza como técnica analítica adicional para validar los resultados obtenidos a lo largo de esta parte de la investigación.

Los sustratos textiles, independientemente de su naturaleza, cuando se les incorporan los productos microencapsulados sufren un cambio en su funcionalidad y en sus propiedades.

Mediante espectroscopía infrarroja se pretende demostrar y corroborar las variaciones en cuanto al tipo de enlaces y grupos funcionales que existen en los sustratos textiles cuando se les incorporan los productos microencapsulados.

El análisis mediante FTIR-ATR se realiza al siguiente sustrato textil:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref.</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	<i>Tejidos</i>
Algodón	210	CALADA	(3) Co 210

Tabla 4.3.18. Características y referencias tejido de algodón

El tejido ha sido tratado con un baño de productos compuesto por 240% s.p.f. de producto comercial microencapsulado de aroma lavanda y 40% s.p.f. de resina acrílica como ligante. Las condiciones del proceso han sido, temperatura de aplicación (60°C), relación de baño de 1/20, tiempo de ensayo 40 minutos, temperatura de curado de la resina 110°C.

Los productos comerciales empleados quedan referenciados como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 3
Resina Center STK-100	STK-100

Tabla 4.3.19. Referencias productos comerciales utilizados

En primer lugar, se muestra de nuevo el espectro FTIR-ATR del producto comercial microencapsulado, este espectro corresponde a la *figura 4.1.6.*, del *apartado 4.1. Caracterización productos comerciales, subapartado 4.1.3. Composición química de la materia activa y de la membrana. Espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR).*

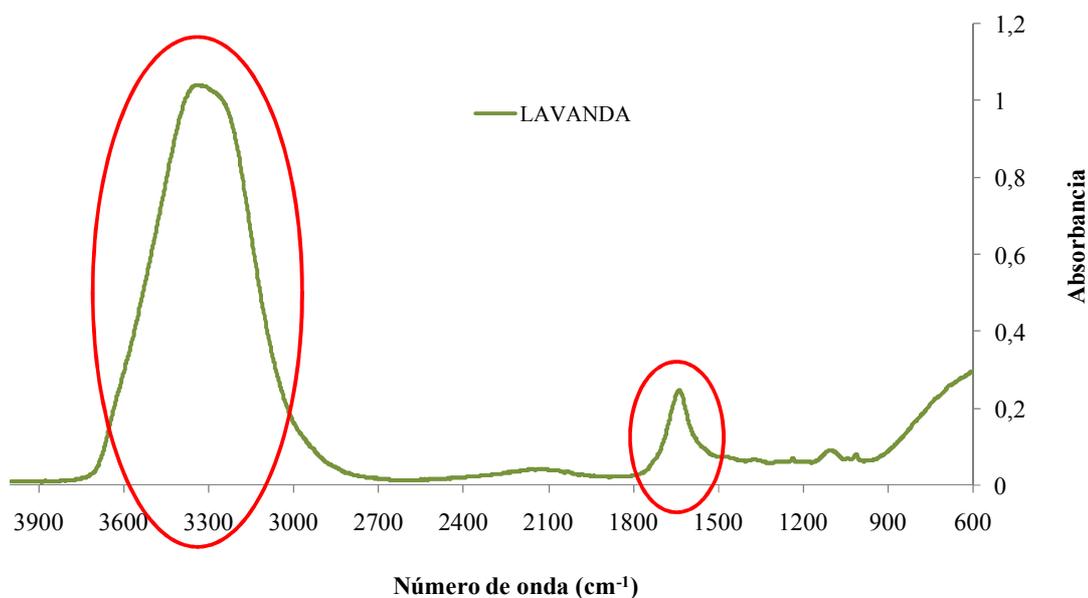


Fig.4.3.26. Espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) producto comercial microencapsulado, CENTERFINISH 164/02, aroma lavanda

En la *figura 4.3.26.*, se observa que el producto comercial presenta una banda en la zona de 3700-3000 cm⁻¹ correspondiente a las vibraciones de tensión del grupo OH, y otra banda alrededor de 1650 cm⁻¹ que se relaciona con la vibración de tensión del CO de los grupos amida. [1,3]

Si se comparan en un mismo gráfico el espectro del tejido de algodón con el del producto comercial se obtiene la *figura 4.3.27*.

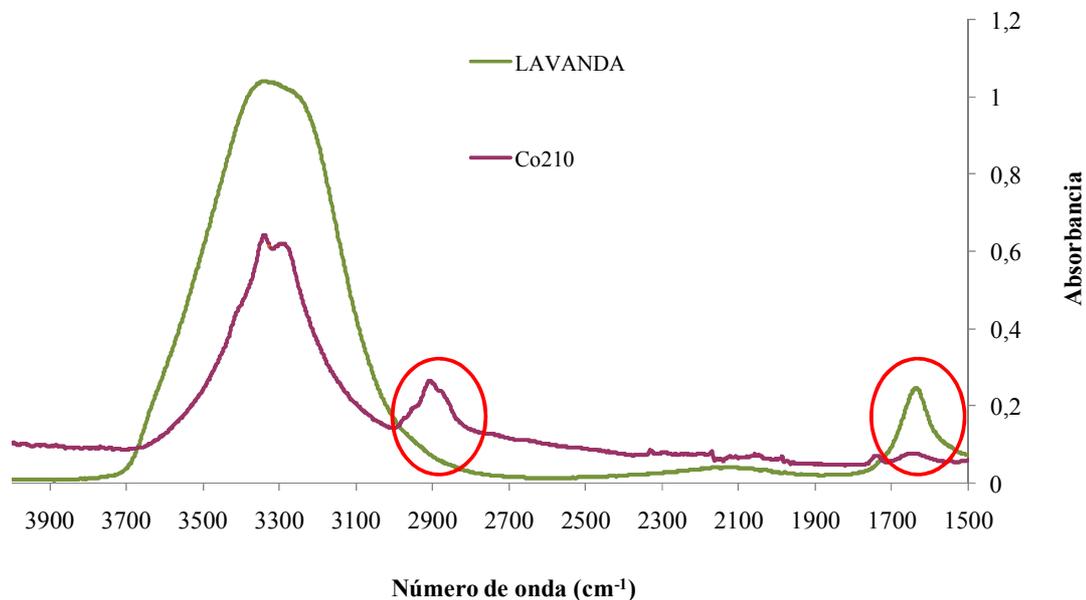


Fig.4.3.27. Estudio comparativo espectros (FTIR-ATR) productos comercial microencapsulado y tejido de algodón

En la *figura 4.3.27*, se puede observar que el tejido de algodón (Co210) presenta una banda alrededor de 3300 cm^{-1} característica de las vibraciones de tensión del grupo OH y otra a 2900 cm^{-1} característica de las vibraciones de tensión del grupo CH [1,3,4]. Al comparar ambos espectros se observa que tanto el tejido como el producto comercial poseen grupos OH, zona de $3700\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$, por lo que al aplicar las microcápsulas sobre el tejido, éstas aportarán más grupos funcionales OH.

Existen dos bandas que no presentan el mismo comportamiento en ambos espectros, 2900 cm^{-1} (grupo CH del tejido) y 1650 cm^{-1} (grupo CO del producto comercial). Así, en la zona de 2900 cm^{-1} el tejido presenta una banda característica mientras que el producto comercial no presenta ninguna variación, por otro lado a 1650 cm^{-1} , el producto comercial presenta una banda característica y el tejido de algodón alcanza la línea de base. Teniendo en cuenta el comportamiento tanto del tejido

como del producto en estas dos zonas, cada muestra se ha analizado calculando los valores de absorbancia en estas dos bandas, siendo el ratio de cálculo “ I_{1650}/I_{2900} ”.

Los resultados obtenidos para el tejido de algodón son:

<i>Muestras</i>	I_{1650}/I_{2900}
Co 210	0,289
Co 210 + MIC	0,330

Tabla 4.3.20. Relación ratios de intensidad tejido algodón

Los datos que se muestran en la *tabla 4.3.20.* corroboran y validan los resultados obtenidos en esta parte de la investigación. Al añadir el producto microencapsulado se produce un incremento en el valor debido a que se aportan nuevos grupos funcionales al sustrato textil, es decir, existe presencia de microcápsulas.

4.3.3.2. ESPECTROSCOPIA ELECTRÓNICA DE RAYOS X (XPS)

En este apartado se analizan los resultados obtenidos mediante espectroscopía electrónica de rayos X (XPS) sobre las muestras de algodón tratadas con microcápsulas. La composición química de la superficie de los tejidos ha sido estudiada con la técnica de XPS, el objetivo es, cuantificar la presencia de microcápsulas en los tejidos de algodón. Para ello se parte de la comparación de los espectros de tejidos con microcápsulas respecto del tejido de algodón sin microcápsulas.

La comparación se basa en el hecho de que las fibras de algodón se componen de celulosa y éstas no tienen nitrógeno en su estructura. Los productos microencapsulados, según indican los fabricantes de productos y se ha verificado en las investigaciones que se han llevado a cabo en esta tesis durante la caracterización de productos comerciales (*apartado 4.1.*) y el estudio del proceso de aplicación por impregnación (*apartado 4.2.*), las microcápsulas utilizadas se componen de una membrana de melamina-formaldehido, ello implica que la incorporación de éstas al tejido deriven en un aporte de nitrógeno.

Esta parte de la investigación se centra en analizar mediante XPS: una muestra de tejido de algodón sin tratar, y el mismo tejido de algodón tratado por agotamiento con diferentes concentraciones de producto microencapsulado y de resina. También se ha analizado el espectro de un tejido de algodón tratado por impregnación con las condiciones determinadas previamente como óptimas (*apartado 4.2.*). El resultado de éste tejido permitirá comparar el proceso de agotamiento con el de impregnación.

Las características del tejido utilizado son:

<i>Tejidos</i>	<i>Características</i>		<i>Ref. Tejidos</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Tipo</i>	
Algodón	210	CALADA	(1) Co 210

Tabla 4.3.21. Características y referencias tejido utilizado

Los productos comerciales utilizados se referencian como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 3
Resina Center STK-100	STK-100

Tabla 4.3.22. Referencias producto utilizado

Respecto a las condiciones de la aplicación por impregnación:

<i>Proceso</i>	<i>REFERENCIA</i>	<i>Prod. Microencaps. (g/L)</i>	<i>Resina de ligado (g/L)</i>	<i>Temp. Curado (°C)</i>
IMPREGNACIÓN	CO-RES	-	10	110
IMPREGNACIÓN	CL360	60	-	110
IMPREGNACIÓN	CL360R	60	10	110

Tabla 4.3.23. Condiciones proceso impregnación

Y las de aplicación por agotamiento:

Baño	REF.	Prod. Microencaps. (% s.p.f.)	Resina de ligado (% s.p.f.)	Relación baño R_b	Temp. Aplicac. (°C)	Temp. Curado (°C)
I	CO 12	12	-	1/20	60	110
II	CO 24	24	-	1/20	60	110
III	CO 12-2	12	2	1/20	60	110
IV	CO 24-4	24	4	1/20	60	110

Tabla 4.3.24. Condiciones proceso agotamiento

Los resultados permiten obtener comparaciones entre el tejido de algodón sin tratar (Co 210 ALGODÓN) y el tejido de algodón que contiene microcápsulas (CL3 AGO - 80). La figura 4.3.28. muestra los espectros generales.

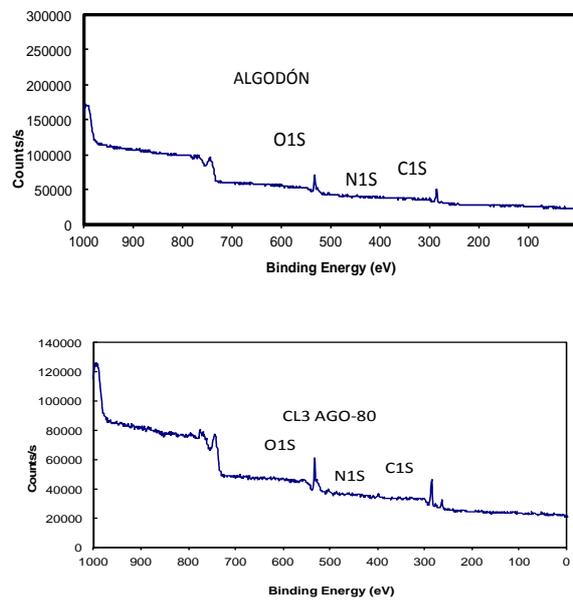


Fig. 4.3.28. Espectros XPS generales de tejidos de algodón. ALGODÓN (Algodón sin tratar), CL3 AGO-80 (Algodón con microcápsulas aplicadas por agotamiento a 80° C)

La superficie de las fibras de algodón analizadas parece estar compuesta de carbono y oxígeno como muestran los espectros generales de la *figura 4.3.28*. Sin embargo, se conoce que la superficie de las fibras tratadas con microcápsulas debe contener nitrógeno ya que está presente en la membrana de las mismas al estar compuesta por melamina - formol. Es destacable que el espectro del algodón sin tratar se conoce que no coincide con el de celulosa pura debido a la presencia de Nitrógeno, Calcio y otros elementos que la celulosa pura no muestra [6,7]. Con el fin de detectar la presencia de nitrógeno se procede a estudiar el comportamiento del espectro de alta resolución en la zona 1Ns, para las dos muestras analizadas en la *figura 4.3.28*. El citado espectro se puede observar en la *figura 4.3.29*.

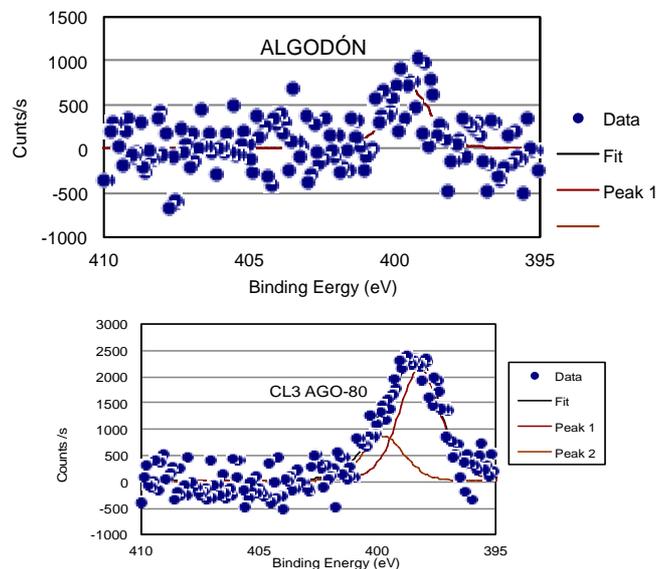


Fig. 4.3.29. Espectros XPS de alta resolución en la región del pico de 1Ns de tejidos de algodón. ALGODÓN (Algodón sin tratar), CL3 AGO-80 (Algodón con microcápsulas aplicadas por agotamiento a 80° C).

El análisis de los espectros de alta resolución en la región del pico 1Ns (alrededor de 399 eV) evidencia que cuando existen microcápsulas (CL3 AGO-80) existe una mayor definición de los valores experimentales y se aprecia un pico más definido que cuando el espectro corresponde a la fibra de algodón (ALGODÓN).

Los estudios mediante XPS recurren al cálculo de ratios que permitan comparar ciertas variaciones en los productos a evaluar. Uno de los ratios más extendido es la

relación O/C con el fin de poder determinar el nivel de oxidación de la muestra [6-8], sin embargo, los tratamientos aplicados en esta tesis no se centran en la oxidación de las fibras como pudiera ser el caso de los tratamientos de plasma, de ahí que se examine la variación en la composición superficial de las fibras mediante el ratio C/N ya que los tratamientos incorporan este compuesto.

Con objeto de verificar la reproducibilidad del proceso de análisis, una misma muestra se ha sometido a dos mediciones diferentes. Una de las mediciones se realizó en junio de 2010 y la otra en noviembre de 2012, en ambos casos se analizó una porción de tejido que procedía de la muestra obtenida por impregnación con 60 g/L de producto microencapsulado y 10 g/L de resina.

<i>Muestras</i>	<i>% C</i>	<i>% O</i>	<i>% N</i>	<i>ratio C/N</i>
Co 210 60-10_2010	74,86	23,74	1,39	53,86
Co 210 60-10_2012	72,52	26,14	1,35	53,72

Tabla 4.3.25. Evaluación de la reproducibilidad en la medición de la composición química (contenidos atómicos de los elementos carbono, oxígeno y nitrógeno) de las superficies de fibras de algodón medidos por XPS. Co 210 60-10_2010 (algodón + microcápsulas 60 g/L + 10 g/L resina, medición de 2010); Co 210 60-10_2012 (algodón + microcápsulas 60 g/L + 10 g/L resina, medición de 2012)

La *tabla 4.3.25.* refleja los resultados obtenidos para este análisis donde se puede observar que las diferencias existentes son prácticamente inapreciables y pueden ser debidas bien al error del propio proceso de medición o bien a la irregularidad del proceso de deposición de microcápsulas. Estos resultados permiten avanzar en el estudio mediante la aplicación de esta técnica (XPS).

Los resultados mostrados en el análisis para evaluar las diferencias de composición de las distintas muestras se han agrupado en función de la variable a estudiar. Cuando se pretende analizar diferencias en la concentración de productos se debe partir de la composición química tanto de las fibras como de los productos a aplicar. La celulosa del algodón se compone básicamente por carbono, oxígeno e hidrógeno. Las microcápsulas tienen una membrana de melamina-formol que además

introduce nitrógeno, elemento que también se encuentra en las resinas acrílicas. Para estudiar los espectros XPS de los tejidos tratados, se deberá analizar de modo independiente la adición de microcápsulas sin resina, donde los incrementos de nitrógeno son debidos a una mayor presencia de melamina-formol procedente de las membranas. Paralelamente, se evaluará el comportamiento cuando las muestras de tejido de algodón han sido tratadas con microcápsulas y con resina. En este último caso, el nitrógeno se incorpora tanto por la presencia de las microcápsulas como de la resina acrílica utilizada como ligante.

Al abordar el estudio del proceso de aplicación, inicialmente se muestran los resultados de la aplicación por impregnación y se estudia la contribución de cada uno de los productos. La *tabla 4.3.26.* contiene los resultados de la fibra de algodón sin tratar (Co) junto con la aplicación de únicamente resina (Co RES), microcápsulas sin resina (CL360) y microcápsulas con resina (CL360R).

<i>Muestras</i>	<i>% C</i>	<i>% O</i>	<i>% N</i>	<i>ratio C/N</i>
Co	67,34	32,37	0,29	232,21
Co RES	73,58	25,46	0,96	76,87
CL360	72,53	25,12	2,35	30,86
CL360R	74,86	23,74	1,39	53,86

Tabla 4.3.26. Composición química (contenidos atómicos de los elementos carbono, oxígeno y nitrógeno) de las superficies de fibras de algodón medidos por XPS. Co (algodón sin tratar); Co RES (algodón +10 g/L resina); CL360 (algodón + 60 g/L de microcápsulas); CL360R (algodón + 60 g/L de microcápsulas +10 g/L resina)

Los resultados muestran una fuerte reducción en el valor del ratio C/N como consecuencia de la contribución del nitrógeno aportado por los productos de aplicación, microcápsulas y resina. Si se profundiza en la reducción del ratio, al comparar el tejido que contiene resina (Co RES) con el que contiene sólo microcápsulas (CL360), se puede ver que la mayor contribución puede atribuirse a la presencia de las microcápsulas por ser la muestra que presenta una mayor reducción del ratio comparado

con el tejido sin tratar. Se observa que, cuando el proceso de aplicación se realiza partiendo de la receta que contiene tanto resina como microcápsulas (CL360R), el ratio es superior al valor del tejido que sólo contiene microcápsulas e inferior al del tejido con sólo resina. Ello puede atribuirse a que la resina introduce mayor cantidad de carbono que las microcápsulas. Todo ello se puede observar en la representación gráfica del valor del ratio C/N de las muestras estudiadas.

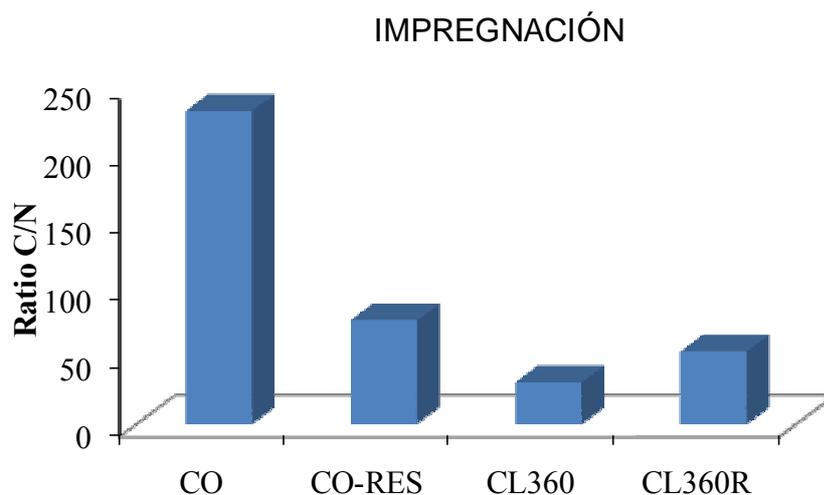


Figura 4.3.30.- Tendencia del ratio C/N proveniente de los espectros XPS de los tejidos de algodón con distintas concentraciones de producto microencapsulado. Co (algodón sin tratar); Co RES (algodón +10 g/L resina); CL360 (algodón + 60 g/L de microcápsulas); CL360R (algodón + 60 g/L de microcápsulas +10 g/L resina)

La *tabla 4.3.27.* presenta los valores correspondientes a las diferencias en la concentración de microcápsulas cuando no se aplica resina acrílica (aplicación por agotamiento). En este caso, también se comparan los valores con los que proceden del tejido obtenido por impregnación en las condiciones determinadas como óptimas en análisis previos de esta tesis (*apartado 4.2.*).

<i>Muestras</i>	<i>% C</i>	<i>% O</i>	<i>% N</i>	<i>Ratio C/N</i>
Co 210	67,34	32,37	0,29	232,21
Co 210 12	70,8	28,66	0,54	131,11
Co 210 24	66,06	33,25	0,67	98,6
IMPREGNACIÓN	72,53	25,12	2,35	30,86

Tabla 4.3.27. Composición química (contenidos atómicos de los elementos carbono, oxígeno y nitrógeno) de las superficies de fibras de algodón medidos por XPS. Co 210 (algodón sin tratar); Co 210 12 (algodón + 12% s.p.f. de microcápsulas); Co 210 24 (algodón + 24% s.p.f. de microcápsulas); IMPREGNACIÓN (algodón + 60 g/L de microcápsulas)

Los resultados, tal y como cabía esperar, muestran una clara tendencia decreciente que evidencia una mayor presencia de nitrógeno cuanto mayor es la concentración de microcápsulas aplicada. Tendencia que se reproduce cuando se analiza los tejidos que incorporan además de las microcápsulas la resina utilizada (*tabla 4.3.28.*). Es destacable que la reducción en el ratio no es proporcional al incremento en la concentración de producto. También se puede evidenciar que existe mayor cantidad de producto en las muestras tratadas por impregnación (IMPREGNACIÓN). Así mismo, es reseñable que las cantidades aplicadas por agotamiento duplican las concentraciones utilizadas habitualmente en la industria por recomendación del productor (generalmente se recomienda un 6-12%). Ello implica que exista un gran porcentaje de microcápsulas que serán desechadas en las aguas residuales, condicionando la aplicabilidad industrial de estos tratamientos por condicionantes económicos.

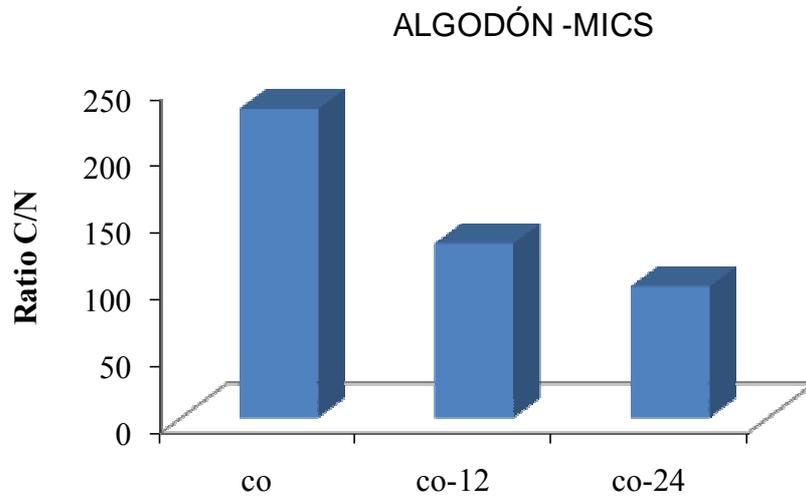
A continuación (*tabla 4.3.28.*) se muestran los resultados de las muestras que incorporan tanto microcápsulas como resina. Al igual que en el caso anterior, se observa un decrecimiento en los valores del ratio C/N que indica un mayor contenido en nitrógeno, aunque éste no es proporcional a la concentración de producto añadida. Se mantiene la mayor cantidad de microcápsulas en las muestras tratadas por impregnación.

<i>Muestras</i>	<i>% C</i>	<i>% O</i>	<i>% N</i>	<i>ratio C/N</i>
Co 210	67,34	32,37	0,29	232,21
Co 210 12-2	69,27	30,34	0,39	177,62
Co 210 24-4	66,78	32,78	0,44	151,77
IMPREGNACIÓN	74,86	23,74	1,39	53,86

Tabla 4.3.28. Composición química (contenidos atómicos de los elementos carbono, oxígeno y nitrógeno) de las superficies de fibras de algodón medidos por XPS . Co 210 (algodón sin tratar); Co 210 12 -2 (algodón + 12% s.p.f. de microcápsulas + 2% s.p.f. de resina); Co 210 24-4 (algodón + 24% s.p.f. de microcápsulas + 4% s.p.f. de resina); IMPREGNACIÓN (algodón + 60 g/L de microcápsulas + 10 g/L de resina)

Las *tablas 4.3.27 y 4.3.28.* muestran la tendencia decreciente del ratio C/N cuando se incrementa la concentración de los productos microencapsulados y la resina de ligado. Al establecer comparación entre el proceso de agotamiento y el de impregnación, es destacable que elevadas cantidades de microcápsulas en el proceso de agotamiento llevan a obtener valores en el ratio C/N menores lo que evidentemente indica una mayor cantidad de producto. No obstante, este ratio no permite establecer comparaciones en cuanto a cantidad de producto realmente depositado sino a establecer una tendencia. El descenso en el valor del ratio C/N es claramente observable en la representación de la *figura 4.3.31.*

a)



b)

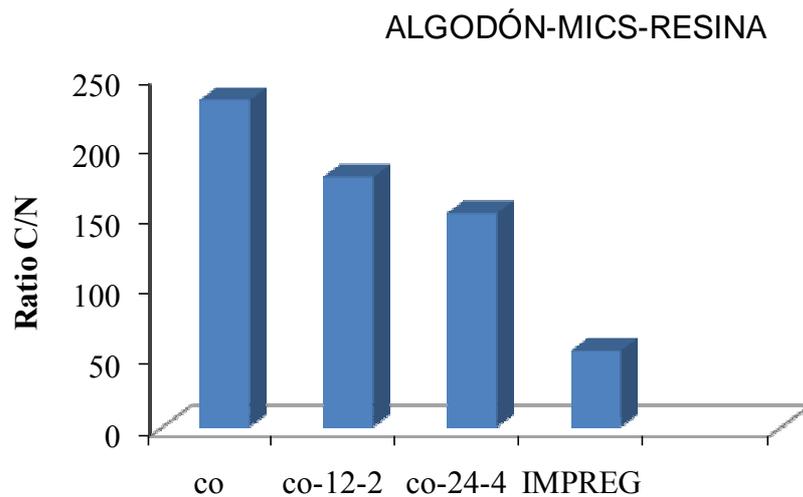


Fig. 4.3.31. Tendencia del ratio C/N proveniente de los espectros XPS de los tejidos de algodón con distintas concentraciones de producto microencapsulado. a) Aplicaciones sin resina. b) Aplicaciones con resina. CO (algodón sin tratar) ; Co 12 (algodón + 12% s.p.f. de microcápsulas); Co 24 (algodón + 24% s.p.f. de microcápsulas); Co 210 12 -2 (algodón + 12% s.p.f. de microcápsulas + 2% s.p.f. de resina); Co 210 24-4 (algodón + 24% s.p.f. de microcápsulas + 4% s.p.f. de resina); IMPREGNACIÓN (algodón + microcápsulas por impregnación con baño de 60 g/L de microcápsulas + 10 g/L de resina)

A la vista de los resultados obtenidos por XPS y contrastándolos con los resultados obtenidos en el análisis por microscopía electrónica de barrido (SEM), se corrobora que el proceso de impregnación produce mejores rendimientos que el de agotamiento.

4.3.3.3. CONCLUSIONES PARCIALES

La espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) y la espectroscopía electrónica de rayos X (XPS) utilizadas como técnicas analíticas adicionales han permitido validar los resultados obtenidos a lo largo de esta parte de la investigación, *aplicación por agotamiento*.

Ambas técnicas determinan la presencia de microcápsulas sobre los sustratos textiles, a su vez, la espectroscopía electrónica de rayos X (XPS) corrobora que el proceso de impregnación produce mejores rendimientos que el de agotamiento.

4.4. APLICACIÓN POR RECUBRIMIENTO Y PULVERIZADO

Los artículos textiles son muy variados y no siempre se puede aplicar un proceso de acabado por impregnación o por agotamiento. En este caso se debe recurrir a técnicas de recubrimiento o pulverizado.

El presente apartado se centra en mostrar los resultados obtenidos al aplicar productos comerciales microencapsulados por métodos de recubrimiento y pulverizado.

Al igual que en los apartados previos, la investigación tiene por objeto optimizar las cantidades de baños de productos, principalmente del producto microencapsulado y de la resina utilizada como ligante.

4.4.1. APLICACIÓN POR RECUBRIMIENTO

4.4.1.1. OPTIMIZACIÓN CONCENTRACIÓN BAÑO DE PRODUCTOS

La aplicación por recubrimiento se realiza mediante rasqueta sobre el dorso del tejido, tejido base de poliéster texturizado. La formulación de la pasta de recubrimiento es la misma que se utiliza habitualmente para el acabado de estos tejidos a escala industrial, con la introducción del producto microencapsulado a distintas concentraciones.

Las composiciones de las tres pastas de recubrimiento utilizadas se muestran en la *tabla 4.4.1*. Se varía la concentración de producto microencapsulado y se mantiene constante la concentración de resina.

<i>Ref. Baño</i>	<i>Composición (g/L)</i>			
	<i>Acetato de polivinilo</i>	<i>Prod. Microencapsulado</i>	<i>Resina</i>	<i>Agua</i>
I	300	10	250	440
II	300	20	250	430
III	300	30	250	420

Tabla 4.4.1. Composición pastas de recubrimiento

Los productos comerciales empleados quedan referenciados como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 4
AXILAT A-1302-N	AXILAT
LAICRIL T-2115	LAICRIL

Tabla 4.4.2. Referencias productos comerciales utilizados

Como sustrato textil, tejido con pelo en una de sus caras.

<i>Tejido</i>	<i>Características</i>			<i>Ref. Tejidos</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligado</i>	<i>Tipo</i>	
Poliéster (Base) Poliéster - Clorofibra (Pelo)	190	Derecho - Revés	PUNTO POR TRAMA	(13) Pelo

Tabla 4.4.3. Características y referencias tejido utilizado

El cálculo del peso por metro cuadrado del tejido antes y después de realizar la aplicación, ha permitido determinar la cantidad de recubrimiento depositado sobre el mismo, siendo para los tres tejidos de poliéster con pelo utilizados en la aplicación:

<i>Aplicación Baño</i>	<i>Cantidad de producto depositado (g/m²)</i>
	<i>Tejidos poliéster</i>
I	200
II	200
III	200

Tabla 4.4.4. Cantidad de pasta depositada tejidos de poliéster

La microscopía electrónica de barrido (SEM), permite observar la deposición y estado de las microcápsulas entre las fibras del tejido y las diferencias existentes en función de los baños de productos utilizados. En el análisis se han realizado un gran número de micrografías, las que se muestran en el apartado son aquellas que permiten una mejor interpretación de los resultados obtenidos.

APLICACIÓN BAÑO I

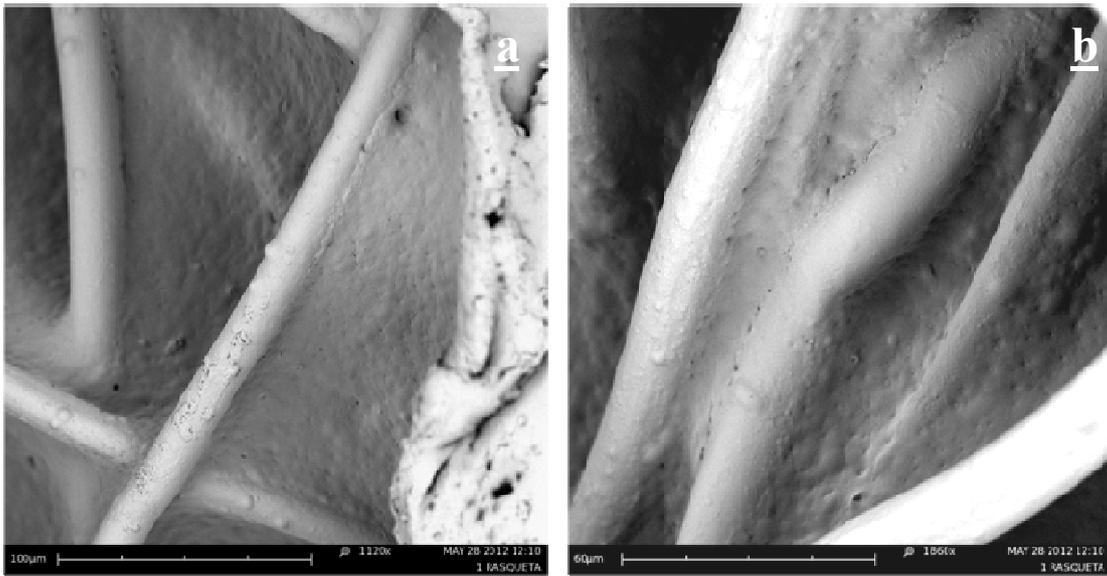


Fig.4.4.1. Micrografías dorso tejido poliéster aplicación Baño I por recubrimiento. 10 g/L producto microencapsulado y 250 g/L resina. a) 1120 y b) 1860 aumentos

La *figura 4.4.1.* permite observar la forma esférica de las microcápsulas en la pasta de recubrimiento depositada por el dorso del tejido.

APLICACIÓN BAÑO II

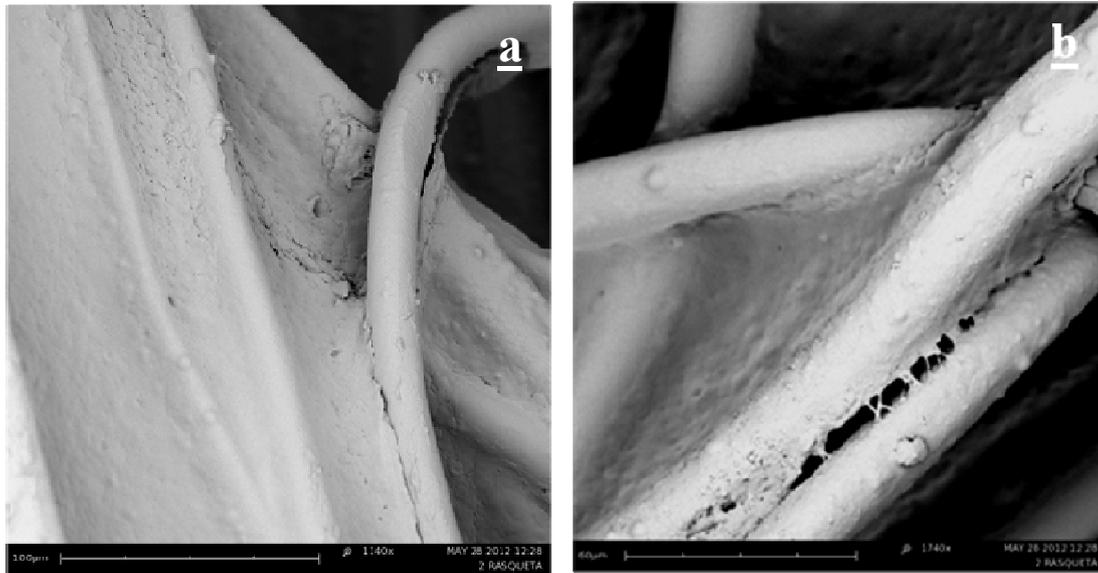


Fig.4.4.2. Micrografías dorso tejido poliéster aplicación Baño II por recubrimiento. 20 g/L producto microencapsulado y 250 g/L resina. a) 1140 y b) 1740 aumentos

Al incrementar la cantidad de producto microencapsulado en la pasta si se comparan las figuras *figuras 4.4.1. y 4.4.2.* no se observan diferencias significativas entre las imágenes.

APLICACIÓN BAÑO III

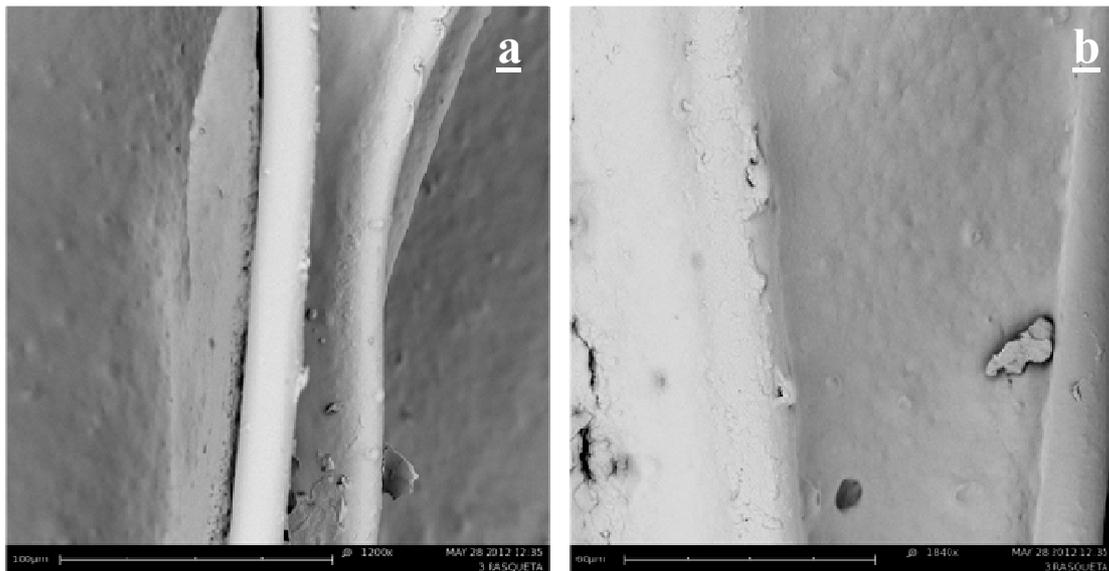


Fig.4.4.3. Micrografías dorso tejido poliéster aplicación Baño III por recubrimiento. 30 g/L producto microencapsulado y 10 g/L resina. a) 1200 y b) 1840 aumentos

Las imágenes obtenidas (*figuras 4.4.1., 4.4.2. y 4.4.3.*) no permiten apreciar diferencias significativas entre los tres tejidos. Las microcápsulas se encuentran cubiertas por el recubrimiento, por lo que estarán protegidas frente a la acción de agentes externos, la protección del recubrimiento no es total, ya que al frotar los tejidos se aprecia el aroma a lavanda, por lo que se produce la rotura de las membranas. Se puede observar en las micrografías (*figuras 4.4.1., 4.4.2. y 4.4.3.*) la forma esférica de las microcápsulas ancladas en la capa de recubrimiento.

El procedimiento de aplicación puede generar pequeños intersticios de burbujas de aire que pueden ser confundidos con la presencia de microcápsulas, o puede parecer que dichos intersticios sean el resultado de la pérdida de las microcápsulas del recubrimiento.

4.4.1.2. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL LAVADO

Las imágenes que a continuación se muestran (*figuras 4.4.4., 4.4.5. y 4.4.6.*) son las resultantes de someter hasta 5 ciclos de lavado sucesivos, siguiendo la norma *UNE-EN ISO 105-C10 (2008)*, a los tejidos de poliéster con pelo resultantes de las tres aplicaciones realizadas por recubrimiento.

Cabe destacar que no se ha realizado el análisis mediante el contador de partículas de las aguas residuales obtenidas después de cada ciclo de lavado, debido a la gran cantidad de impurezas presentes en las mismas, principalmente restos de fibras de la cara del tejido que presenta pelo. La presencia de estas impurezas, incluso después de filtrar las aguas, dificulta el análisis con el contador.

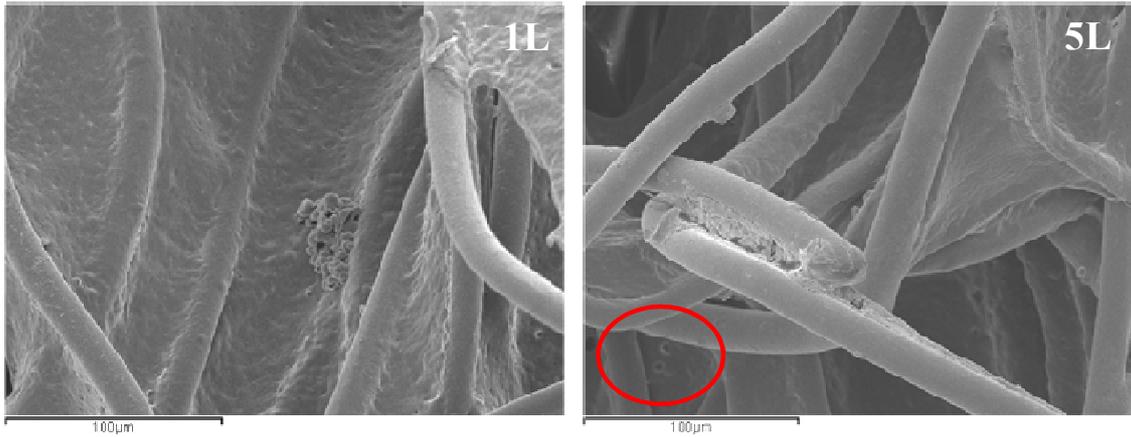


Fig.4.4.4. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejido poliéster aplicación Baño I. 10 g/L producto microencapsulado y 250 g/L resina. Las micrografías están realizadas a 500 aumentos

Al emplear concentraciones de 10 g/L de producto microencapsulado (*figura 4.4.4.*), presenta mayor dificultad apreciar cómo afecta la acción de los lavados al estado del recubrimiento y con ello a las microcápsulas presentes en el mismo. Tras 5 ciclos se puede apreciar alguna microcápsula que no presenta forma esférica.

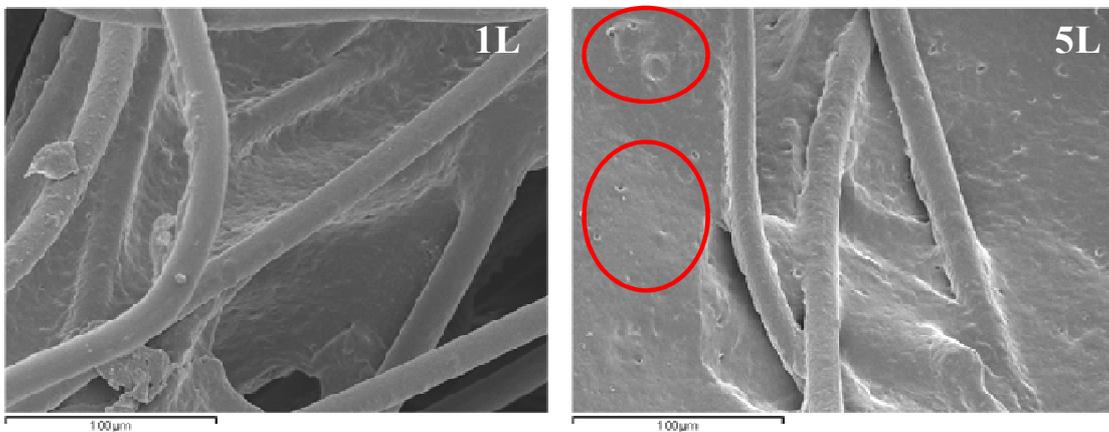


Fig.4.4.5. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejido poliéster aplicación Baño II. 20 g/L de producto microencapsulado y 250 g/L resina. Las micrografías están realizadas a 500 aumentos

Tras 5 ciclos de lavado (*figura 4.4.5.*) si pueden apreciarse pequeños intersticios en el recubrimiento que se encuentra entre las fibras, estos intersticios tal y como se ha comentado anteriormente, pueden estar producidos por el proceso de aplicación o ser

microcápsulas que se han desprendido del recubrimiento por la acción de los lavados; o microcápsulas que quedan en el interior del recubrimiento pero que han perdido su forma esférica.

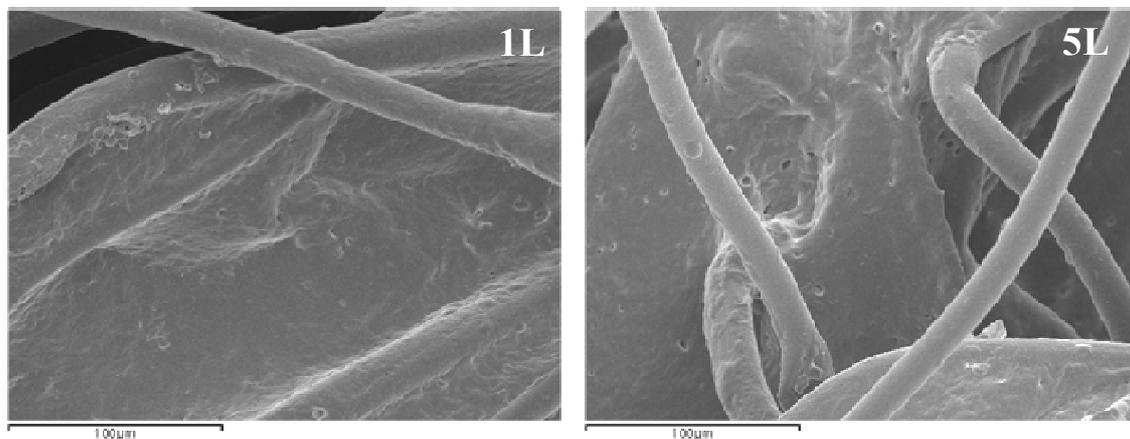


Fig.4.4.6. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, tejido poliéster aplicación Baño III. 30 g/L de producto microencapsulado y 250 g/L resina. Las micrografías están realizadas a 500 aumentos

La acción de los lavados (*figura 4.4.6.*) afecta tanto al recubrimiento que protege a las microcápsulas como a las mismas microcápsulas a medida que aumentan los ciclos, en esta figura se puede apreciar mejor el efecto de los lavados. Las microcápsulas aplicadas por este procedimiento son menos vulnerables a la acción de los lavados que aquellas utilizadas en aplicaciones como impregnación y agotamiento. El recubrimiento, acetato de polivinilo, ejerce de film sobre el producto y lo protege de la acción de los lavados. Esta acción, lavado realizado de forma continuada, también puede afectar al mismo, con lo que la protección se verá debilitada, por lo que las microcápsulas podrán perder su principio activo y quedar en el recubrimiento sólo las membranas, o por el contrario, desprenderse del tejido y quedar contenidas en las aguas residuales de los lavados. En los tres tejidos analizados, se puede observar que después de cinco ciclos de lavado quedan en el recubrimiento microcápsulas que no presentan forma toroide.

Estas imágenes no permiten cuantificar la presencia o no de microcápsulas después de cada ciclo de lavado, sólo nos dan información del estado de los tejidos. En esta parte de la investigación se realiza un análisis organoléptico para determinar la

presencia o no del aroma después de cada ciclo de lavado. Además, también se analizan las aguas residuales por el mismo método, ante la imposibilidad de realizar el recuento de partículas presentes en dichas aguas mediante el contador de partículas.

4.4.1.3. ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO

Tal y como se explicó en el capítulo 3, apartado 3.7., para realizar este análisis no se utiliza ningún método normalizado o técnica, tan sólo se realiza mediante la apreciación por medio del olfato de la presencia del aroma. El análisis ha sido realizado por personas especializadas.

<i>Ref. Baño</i>	<i>Ciclos de Lavado</i>				
	<i>1L</i>	<i>2L</i>	<i>3L</i>	<i>4L</i>	<i>5L</i>
<i>Tejidos Poliéster</i>					
I (10 g/L)	SI	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE
II (20 g/L)	SI	SI	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE
III (30g/L)	SI	SI	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE

Tabla 4.4.5. Resultados análisis organoléptico sobre tejidos poliéster, aplicación por recubrimiento

Cuando se indica “SI-FROTE”, significa que el tejido si no se frota no se aprecia el aroma a lavanda.

Después de tres ciclos de lavado continuados no se aprecia el aroma, es necesario el frote de los tejidos para poder apreciar el aroma a lavanda.

A continuación se muestran los resultados del análisis de los baños residuales, se referencian como B.R., para cada tejido, así B.R.I, es el baño residual para el tejido de poliéster recubierto con el Baño I

<i>Ref. Baños</i>	<i>Ciclos de Lavado</i>				
	<i>1L</i>	<i>2L</i>	<i>3L</i>	<i>4L</i>	<i>5L</i>
B.R. I	SI	SI	NO	NO	NO
B. R. II	SI	SI	SI	NO	NO
B. R. III	SI	SI	SI	SI	SI

Tabla 4.4.6. Resultados análisis organoléptico aguas residuales, aplicación por recubrimiento

Los resultados del análisis de las aguas residuales muestran, tras cinco ciclos de lavado no se aprecia el aroma a lavanda en los baños para las aplicaciones I y II (10 y 20 g/L de CENTERFINISH 164/02 respectivamente). Esto hecho puede producirse porque las microcápsulas situadas en posiciones más vulnerables ya se han desprendido del tejido, quedando el resto protegidas por el recubrimiento, por eso se aprecia el aroma al frotar los tejidos. En el baño residual III se aprecia el aroma lavanda en las aguas, porque el baño inicial de producto, Baño III (30 g/L de CENTERFINISH 164/02) contiene mayor cantidad de producto microencapsulado.

4.4.1.4. CONCLUSIONES PARCIALES

Las microcápsulas aplicadas por recubrimiento son menos vulnerables a la acción de agentes externos que aquellas utilizadas en aplicaciones como impregnación y agotamiento. El recubrimiento, acetato de polivinilo, ejerce de film sobre el producto y lo protege en este caso de la acción de los lavados. Esta acción, lavado realizado de forma continuada, también puede afectar al mismo, con lo que la protección se verá debilitada, por lo que las microcápsulas podrán perder su principio activo y quedar en el recubrimiento sólo las membranas, o por el contrario, desprenderse del tejido y quedar contenidas en las aguas residuales de los lavados.

Al incrementar la concentración de producto microencapsulado en la pasta, 30 g/L, la presencia del mismo tras cinco ciclos de lavado es más notoria que empleando cantidades de 10 y 20 g/L respectivamente.

4.4.2. APLICACIÓN POR PULVERIZADO

4.4.2.1. OPTIMIZACIÓN CONCENTRACIÓN BAÑO DE PRODUCTOS

La aplicación por pulverizado se realiza sobre la cara de pelo del tejido, el pelo está compuesto por una mezcla homogénea de poliéster y clorofibra.

A los tejidos con pelo utilizados en esta parte de la investigación (13), se les incorpora por el dorso mediante rasqueta siempre la misma formulación, compuesta por: acetato de polivinilo, AXILAT A-1302-N y resina acrílica, LAICRIL T-2115, proceso habitual en este tipo de tejidos que tiene por objeto dar consistencia al tejido.

Las composiciones de los dos baños de productos utilizados en la aplicación son:

<i>Ref. Baño</i>	<i>Composición (g/L)</i>	
	<i>P. Microencapsulado</i>	<i>Resina</i>
I	30	20
II	60	40

Tabla 4.4.7. Composición baños de productos, aplicación por pulverizado

Los productos comerciales empleados quedan referenciados como:

<i>Producto comercial</i>	<i>Ref. Producto</i>
CENTERFINISH 164/02	Lavanda 4
LAICRIL T-2115	LAICRIL
AXILAT A-1302-N	AXILAT

Tabla 4.4.8. Referencias productos comerciales utilizados

Como sustrato textil, tejido con pelo en una de sus caras. Pelo compuesto por una mezcla homogénea de poliéster y clorofibra, se inserta en el tejido en el proceso de tejeduría.

<i>Tejido</i>	<i>Características</i>			<i>Ref. Tejidos</i>
	<i>Gramaje (g/m²)</i>	<i>Ligado</i>	<i>Tipo</i>	
Poliéster (Base) Poliéster - Clorofibra (Pelo)	190	Derecho - Revés	PUNTO POR TRAMA	(13) Pelo

Tabla 4.4.9. Características y referencias tejido utilizado

El cálculo del peso por metro cuadrado del tejido antes y después de realizar la aplicación, ha permitido determinar la cantidad de producto depositado sobre el mismo, siendo para los dos tejidos de poliéster con pelo utilizados en la aplicación:

<i>Aplicación Baño</i>	<i>Cantidad de producto depositado (g/m²)</i>
	<i>Tejidos poliéster</i>
I	100
II	100

Tabla 4.4.10. Cantidad de producto depositado tejidos de poliéster

Por el dorso del tejido se aplica una cantidad de pasta de recubrimiento de 200 g/m².

Las micrografías que se muestran en el siguiente apartado permiten conocer la situación y estado de las microcápsulas depositadas en las fibras que constituyen la cara de pelo del tejido, y las diferencias existentes en función de los dos baños de productos utilizados. En el análisis mediante microscopía electrónica (SEM) se han realizado un gran número de micrografías, las que se muestran en el próximo apartado son aquellas que permiten una mejor interpretación de los resultados obtenidos.

APLICACIÓN BAÑO I

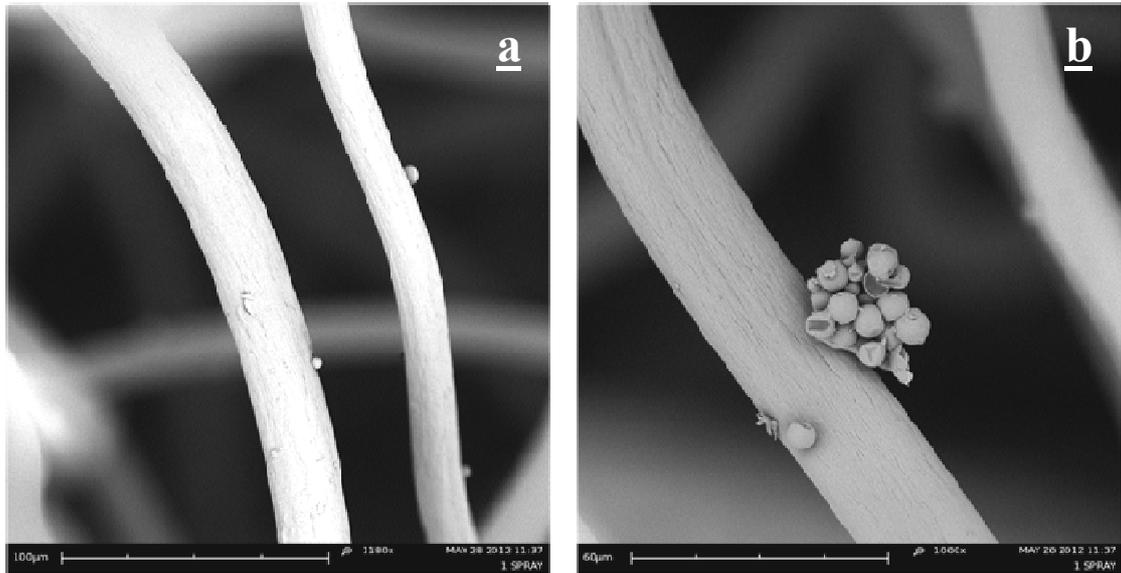


Fig.4.4.7. Micrografías cara pelo tejido aplicación Baño I por pulverizado. 30 g/L producto microencapsulado y 20 g/L resina. a) 1180 y b) 1880 aumentos

La figura 4.4.7. permite observar el aspecto que presentan las microcápsulas tras la aplicación, las que se aprecian en la micrografía *b* se encuentran en su totalidad vacías.

APLICACIÓN BAÑO II

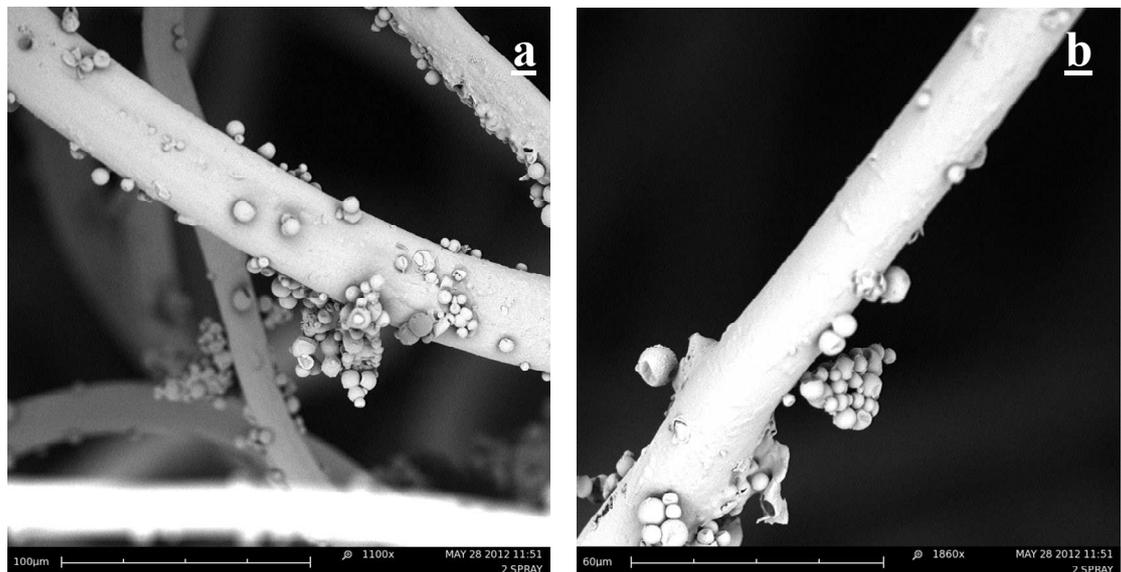


Fig.4.4.8. Micrografías cara pelo tejido aplicación Baño II por pulverizado. 60 g/L producto microencapsulado y 40 g/L resina. a) 1100 y b) 1860 aumentos

Al comparar ambas imágenes (*figuras 4.4.7. y 4.4.8.*), sí se aprecian diferencias significativas en función del baño de producto utilizado, cabe destacar que la diferencia entre ambos baños respecto a la cantidad de producto comercial microencapsulado es de 30 g/L. Las microcápsulas se depositan sobre la superficie de las fibras que constituyen el pelo del tejido (compuesto por una mezcla homogénea de poliéster y clorofibra), este hecho también se ha mostrado en las aplicaciones por impregnación en las que se han utilizados fibras de poliéster, al ser fibras sintéticas de sección circular, no presentan como en el caso del algodón, surcos que forma la sección arriñonada de las fibras para que las microcápsulas se sitúen y estén más protegidas.

Empleando cantidades de 30 g/L de CENTERFINISH 164/02, prácticamente no se observa presencia de microcápsulas en las fibras del tejido. A 60 g/L, sí que se aprecia esta presencia y también la tendencia de las mismas a formar aglutinados de producto sobre las fibras. Destacar el estado que presentan las microcápsulas, gran parte son microcápsulas vacías que no presentan forma esférica porque han perdido de forma prematura su principio activo, es decir, el aroma. Esta pérdida puede estar debida al propio procedimiento de aplicación, proceso de secado y curado posterior de la resina, manipulación de los tejidos, etc. Al estar situadas sobre las fibras de pelo y no en el interior del tejido son más vulnerables a la rotura y pérdida.

Cabe destacar que por este proceso de aplicación, pulverizado, la cantidad de baño de producto depositada sobre el tejido es inferior a la aplicación por recubrimiento, siendo de 100 g/m² para este caso, mientras que para la aplicación por recubrimiento es de 200 g/m², (*tablas 4.4.4. y 4.4.10.*)

4.4.2.2. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL LAVADO

Las imágenes que a continuación se muestran (*figuras 4.4.9. y 4.4.10.*) son las resultantes de someter hasta 5 ciclos de lavado sucesivos siguiendo la norma *UNE-EN ISO 105-C10 (2008)* a los tejidos de poliéster con pelo resultantes de las dos aplicaciones realizadas por pulverizado.

Al igual que en la aplicación por recubrimiento no se ha realizado el análisis mediante el contador de partículas de las aguas residuales resultantes, debido a la gran cantidad de impurezas presentes en las mismas, principalmente restos de fibras de la cara del tejido que presenta pelo. La presencia de estas impurezas, incluso después de filtrar las aguas, dificulta el análisis con el contador.

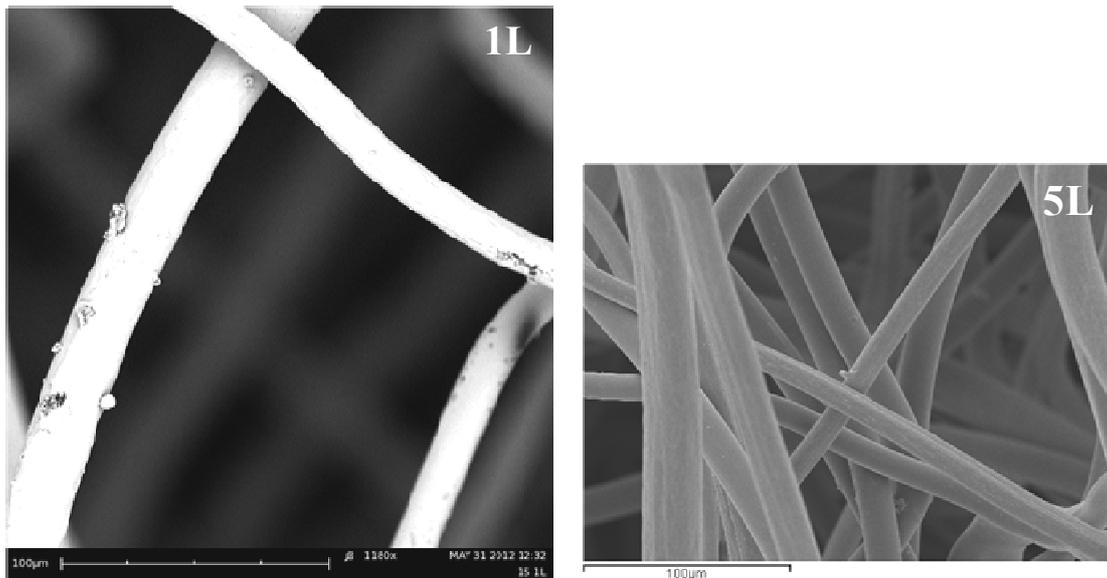


Fig.4.4.9. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, cara tejido pelo, Baño I. 30 g/L producto microencapsulado y 20 g/L resina. Las micrografías están realizadas a 1180 y 500 aumentos

En la *figura 4.4.9.* tras cinco ciclos de lavado no se observa prácticamente presencia de microcápsulas en las fibras que constituyen el pelo del tejido, cabe destacar que en esta primera aplicación no se apreciaba elevada cantidad de producto microencapsulado sobre las fibras antes de iniciar los ciclos de lavado (*figura 4.4.7.*).

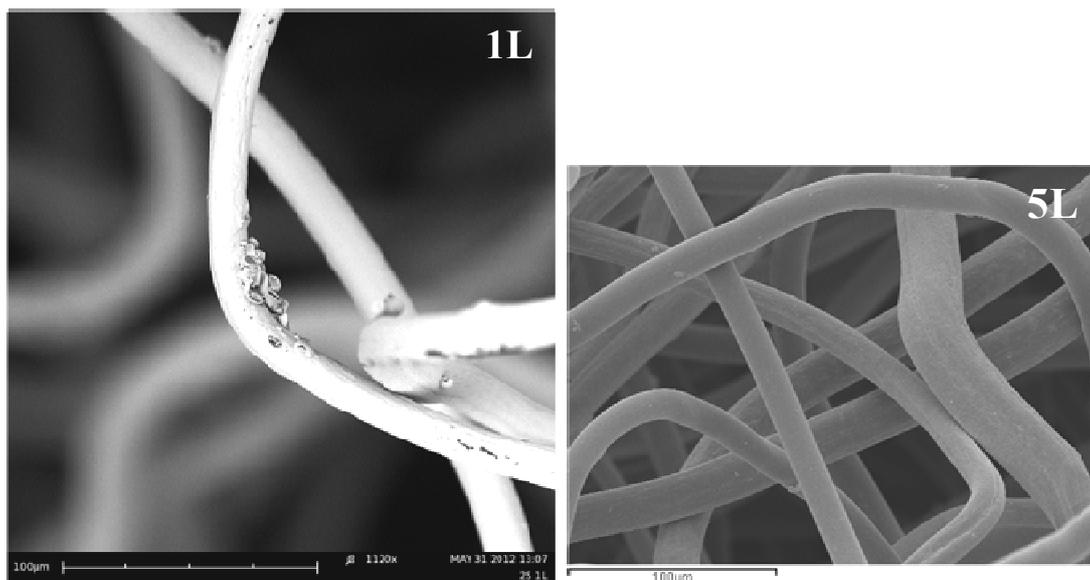


Fig.4.4.10. Influencia del lavado en la permanencia de las microcápsulas, cara tejido pelo, Baño II. 60 g/L de producto microencapsulado y 40 g/L resina. Las micrografías están realizadas a 1120 y 500 aumentos

La acción de los lavados afecta a la estabilidad de los productos microencapsulados, después de cinco ciclos realizados de forma continuada se puede apreciar (*figura 4.4.10.*) alguna microcápsula de pequeños diámetros o restos de membranas que están vacías.

Estas imágenes (*figuras 4.4.9. y 4.4.10.*) no permiten cuantificar la presencia o no de microcápsulas después de cada ciclo de lavado, sólo nos dan información del estado de los tejidos y las microcápsulas. En esta parte de la investigación al igual que en la aplicación por recubrimiento se realiza un análisis organoléptico para determinar la presencia o no del aroma después de cada ciclo de lavado. Además también se analizan las aguas residuales por el mismo método, ante la imposibilidad de realizar el recuento de partículas presentes en dichas aguas mediante el contador de partículas.

4.4.2.3. ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO

Tal y como se explicó en el capítulo 3, *apartado 3.7.*, para realizar este análisis no se utiliza ningún método normalizado o técnica, tan sólo se realiza mediante al

apreciación por medio del olfato de la presencia del aroma. El análisis ha sido realizado por personas especializadas.

<i>Ref. Baños</i>	<i>Ciclos de Lavado</i>				
	<i>1L</i>	<i>2L</i>	<i>3L</i>	<i>4L</i>	<i>5L</i>
<i>Tejidos de Poliéster</i>					
I (30 g/L)	SI	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE
II (60 g/L)	SI	SI	SI - FROTE	SI - FROTE	SI - FROTE

Tabla 4.4.11. Resultados análisis organoléptico sobre tejidos poliéster, aplicación por pulverizado

Tras dos ciclos de lavado, en el tejido de poliéster al que se le ha aplicado el Baño I (30 g/L producto microencapsulado y 20 g/L de resina) no se aprecia el aroma, para el tejido con el Baño II (60 g/L producto microencapsulado y 40g/L de resina) este hecho ocurre a los tres ciclos de lavado.

A continuación se muestran los resultados del análisis de los baños residuales, se referencian como B.R., para cada tejido, así B.R.I, es el baño residual para el tejido pulverizado con el Baño I.

<i>Ref. Baños</i>	<i>Ciclos de Lavado</i>				
	<i>1L</i>	<i>2L</i>	<i>3L</i>	<i>4L</i>	<i>5L</i>
B.R. I	SI	SI	SI	NO	NO
B. R. II	SI	SI	SI	NO	NO

Tabla 4.4.12. Resultados análisis organoléptico aguas residuales, aplicación por pulverizado

En los análisis de las aguas residuales, para ambos tejidos, a cuatro ciclos no se aprecia el aroma. Al comparar los resultados de ambas tablas (4.4.11. y 4.4.12.) puede concluirse, que las microcápsulas de menor tamaño son más resistentes a la acción de los lavados, quedando sobre la superficie de las fibras y permaneciendo en los tejidos

durante mayor ciclo de lavados, por ello, se aprecia el aroma al frotar los mismos (tras cuatro y cinco ciclos de lavado).

4.4.2.4. CONCLUSIONES PARCIALES

En la aplicación por pulverizado las microcápsulas son más vulnerables a la acción de los agentes externos que en la aplicación por recubrimiento, puesto que se encuentran depositadas entre las fibras de poliéster y clorofibra que constituyen el pelo del tejido.

El proceso de aplicación utilizado así como las operaciones posteriores pueden afectar a la estabilidad de las microcápsulas, es decir, éstas no presentan forma esférica antes de iniciar los ciclos de lavado. Se deberán controlar las presiones del pulverizador.

Cantidades de baño compuestas por 60 g/L de producto microencapsulado y 40 g/L de resina son consideradas como óptimas para el caso que nos ocupa.

4.4.3. COMPARACIÓN ENTRE AMBOS PROCEDIMIENTOS. CONCLUSIONES PARCIALES

Los resultados obtenidos permiten observar diferencias significativas entre ambos procedimientos. Se puede concluir que la aplicación por recubrimiento ofrece mejores resultados que la aplicación por pulverizado.

En la aplicación por pulverizado las microcápsulas se sitúan en las fibras que constituyen el pelo, con lo que serán más vulnerables a la acción de los lavados y del frote. Es decir, se desprenderán con mayor facilidad, al no estar protegidas.

En la aplicación por recubrimiento las microcápsulas se encuentran protegidas por el mismo y por tanto tienen una mayor resistencia a la acción de los lavados. Pero los ensayos de uso y mantenimiento también afectan a la estabilidad de las mismas tal y como muestran los resultados obtenidos.

Después de cinco ciclos de lavado, es necesaria la acción del frote en ambos procedimientos para poder apreciar el aroma a lavanda que contienen las microcápsulas.

Respecto a la cantidad de producto microencapsulado a utilizar, en la aplicación por pulverizado se necesita el triple de cantidad (60 g/L de microcápsulas) y no se obtienen buenos resultados, a diferencia de la aplicación por recubrimiento en la que se utilizan 30 g/L de producto microencapsulado. Desde el punto de vista de la optimización y reducción de cantidades de productos para abaratar costes este es un aspecto a considerar, y también desde el punto de vista medioambiental.

En la *figura 4.4.11.* se muestran dos micrografías de los tejidos de poliéster con pelo a los que se les aplica el mismo producto comercial microencapsulado, CENTERFINISH 164/02, por recubrimiento y pulverizado a distintas concentraciones.

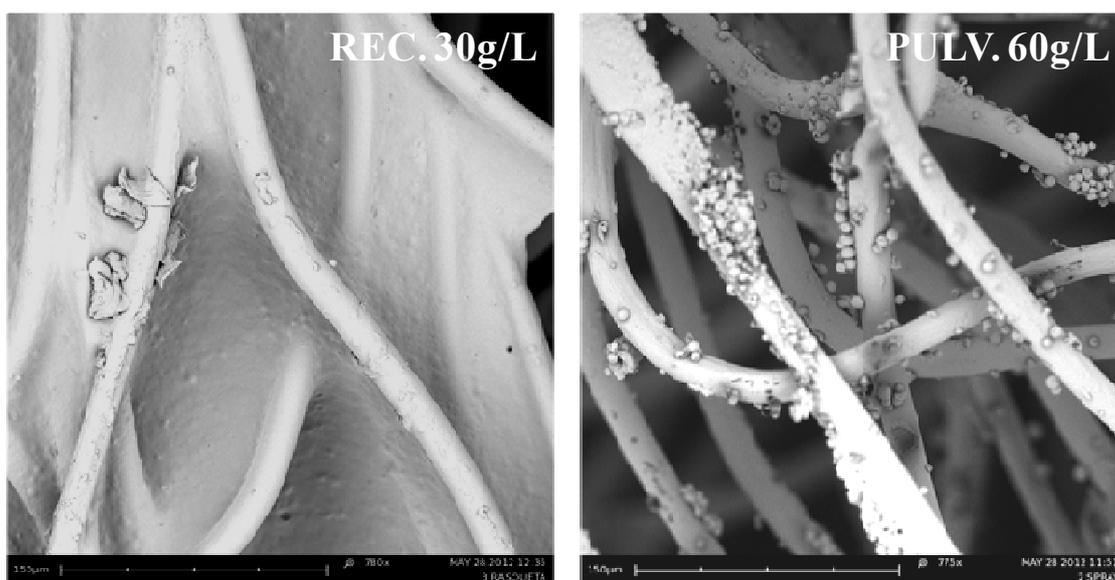


Fig. 4.4.11. Micrografías tejidos poliéster con microcápsulas distintos procedimiento de aplicación, recubrimiento y pulverizado. Las micrografías están realizadas a 780 y 775 aumentos

Las diferencias respecto a la cantidad, situación y estado de las microcápsulas son apreciables en las imágenes (*figura 4.4.11.*). No obstante, si se aplica por recubrimiento es posible que la acción de las microcápsulas no se ejerza por estar en la cara interna del tejido que según la aplicación puede estar protegida. Aunque los

resultados por recubrimiento son mejores, puede ser que la aplicación final del tejido derive en su aplicación por pulverizado.

4.5. BIBLIOGRAFÍA

- 4-1. Monllor P., Tesis Doctoral, *Caracterización de microencapsulados aplicados sobre materias textiles*. Editorial UPV, Alcoy, (Marzo 2007).
- 4-2. Bou E., Monllor P., Bonet M., Díaz P., Montava I., Gisbert J., *Cotton fabric structure influence on microcapsules deposition*. Acta Universitatis Cibiensis, LVIII, 113-116, (2009)
- 4-3. Socrates G., *Infrared Characteristics Group Frequencies, Tables and Charts*, Second Edition, ISBN: 0471942308 (1997).
- 4-4. Bonet M., Quijada C., and Cases C., *Characterization of ethylcellulose with different degrees of substitution (DS): a diffuse-reflectance infrared study*. Canadian Journal of Analytical Sciences and Spectroscopy, 49 (4), 234-239, (2004).
- 4-5. Monllor P., Sánchez L., Cases F., & Bonet M., *Thermal behavior of microencapsulated fragrances on cotton fabrics*. Textile Research Journal, 79(4), 365-380, (2009).
- 4-6. Buchert J., Pere, L.S., Johanson, J.M., Campbell, J., *Analysis of surface chemistry of linen and cotton fabrics*. Textile Research Journal, 71, 626-629, (2001).
- 4-7. Fras, L., Johanson, L.-S., Stenius, P., Laine, P., Stana-Kleinscheck, K., Ribitsch, V., *Analysis of theoxidation of cellulosefibresbytitration and XPS*. Colloids and Surfaces A: PhysicochemEng. Aspects. 260, 101-108, (2005).
- 4-8. Topalovic, T., Nierstrasz, V.A., Bautista, L., Jovic, D., Navarro, A., Warmoeskerken, M.M.C.G., *XPS and contact angle study of coton surface oxidation by catalytic bleaching*. Colloids and surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 296, 76-85, (2007).

5. CONCLUSIONES

La metodología empleada, así como las técnicas instrumentales y analíticas utilizadas y los resultados que se extraen de las mismas, permiten llegar a las siguientes conclusiones que se dividen al igual que en el apartado de resultados en cuatro bloques.

5.1. CARACTERIZACIÓN PRODUCTOS COMERCIALES

La caracterización previa de los productos comerciales antes de ser aplicados sobre sustratos textiles es de vital importancia a fin de conocer el estado que presentan los productos, dispersión de tamaños y cantidad de microcápsulas, composición química de la materia activa y de la membrana y residuo seco. Así, las técnicas instrumentales y analíticas como: microscopía electrónica de barrido (SEM), contador de partículas, espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR - ATR), y estufa de secado, permiten determinar y conocer dichas propiedades y características.

Comercialmente es muy difícil obtener productos que siempre presenten las mismas propiedades, por ello, a la hora de realizar estudios comparativos siempre se deben utilizar los mismos lotes de productos a fin de obtener resultados reproducibles y viables, ya que se ha demostrado que no existe homogeneidad en cuanto al tamaño de las partículas contenidas en un mismo producto comercial.

Los productos microencapsulados utilizados tiene como materia activa un aroma, y la membrana de naturaleza polimérica que protege a dicha materia activa es de melamina-formaldehído tal y como confirman los análisis realizados mediante espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR).

Los resultados demuestran que los baños de productos deben prepararse en el momento que van a ser utilizados, ya que los productos microencapsulados en contacto con el agua durante tiempos prolongados ven afectada su estabilidad, perdiendo de forma prematura su principio activo por permeabilidad a través de la membrana.

5.2. APLICACIÓN POR IMPREGNACIÓN

De la aplicación por impregnación se extraen las siguientes conclusiones

- La optimización de los baños de productos antes de iniciar cualquier aplicación es necesaria a fin de conseguir la mayor deposición y permanencia de los productos microencapsulados sobre los sustratos textiles.

Desde el punto de vista medioambiental este hecho permite reducir las cargas contaminantes de las aguas residuales generadas en las industrias textiles que emplean estos procesos, siendo éste uno de los principales objetivos de las administraciones y empresas. Desde el punto de vista industrial, supone un ahorro económico, no sólo en el tratamiento de los efluentes sino en la adquisición y rentabilización de los productos comerciales.

- La misión del ligante es la de fijar las microcápsulas a las fibras del tejido, ya que las microcápsulas utilizadas tienen membrana de naturaleza polimérica que se encuentra totalmente estabilizada, de lo contrario se podrían formar aglomeraciones de las microcápsulas en su formato comercial. Debido a esta estabilidad no presentan afinidad por las fibras. Cantidades excesivas de ligante pueden modificar sustancialmente el tacto de los tejidos. En la aplicación por impregnación las cantidades óptimas de productos a emplear son: 60 g/L de producto microencapsulado y 10 g/L de resina como ligante.
- Conociendo el número de partículas que contiene el producto comercial y el porcentaje de impregnación de los tejidos (% pick-up) utilizados, es posible determinar la cantidad de partículas que quedan sobre los mismos una vez éstos han sido impregnados.

El cálculo por diferencia entre el número de partículas del baño inicial y final recogidos antes y después de haber pasado el tejido por el fulard, también permite determinar la cantidad de microcápsulas que quedan sobre el tejido después de la aplicación.

Dado que el cálculo por diferencia de partículas en los baños inicial y final es superior al cálculo realizado teniendo en cuenta el porcentaje de impregnación (% pick-up) del tejido, se demuestra que el tejido actúa como filtro y retiene mayor cantidad de partículas.

- No sólo los productos comerciales microencapsulados se ven afectados por la acción de agentes externos o el uso continuado de los sustratos a los que se han incorporado, las resinas empleadas como ligantes pierden su efectividad cuando los tejidos se someten a ciclos de lavado de forma continuada.
- La naturaleza de las fibras que constituyen los sustratos textiles influye en la deposición y situación de las microcápsulas.

Partiendo de la misma concentración de productos en el baño, en los tejidos compuestos por fibras de algodón (fibras filicas) se produce una mayor deposición de microcápsulas que en los tejidos compuestos por fibras de poliéster (fibras fóbicas). Las diferencias respecto a los grados de impregnación, quedan reflejadas en el número de partículas depositadas en cada tejido en función de su naturaleza, partiendo del mismo número de partículas iniciales.

La posición de las microcápsulas entre las fibras de distinta naturaleza, influye a su vez en la mayor o menor permanencia de las mismas sobre los sustratos cuando éstos se someten a ensayos de uso y mantenimiento.

- La acción de los lavados, abrasión, etc., afecta a la estabilidad y permanencia de los productos microencapsulados sobre los tejidos. Las microcápsulas de mayores radios pierden de forma prematura su principio activo o se desprenden de los tejidos con mayor facilidad que las de menores radios debido a la acción de estos agentes externos.
- No sólo la naturaleza de las fibras que constituyen los sustratos influye en la deposición de los productos microencapsulados, parámetros como el gramaje del tejido también tiene influencia en la deposición y permanencia de las microcápsulas sobre los tejidos. Cuanto mayor es el gramaje del tejido más

cantidad de partículas se depositan sobre el mismo y más tardan en salir cuando éste se somete a ciclos de lavados realizados de forma continuada.

- La sección transversal de las fibras que constituyen los tejidos también influye en la deposición y posterior permanencia de las microcápsulas sobre sustratos textiles.

Fibras de poliéster que presentan secciones circulares, tras la acción continua de los lavados, desprenden mayor cantidad de partículas, ello es debido a que las partículas son más vulnerables a la acción de los lavados al no estar situadas en posiciones más reservadas como es el caso de las fibras con sección rectangular, tetralobal, etc.

En el caso de las fibras de algodón, las falsas vueltas de torsión y la sección transversal arriñonada facilitan la deposición de las microcápsulas en estas zonas.

- Respecto a la influencia del proceso de tejeduría (al comparar calada con punto), los resultados obtenidos no permiten llegar a la conclusión de que el proceso pueda influir en la mayor deposición y permanencia de las microcápsulas, sino que más bien es consecuencia del distinto gramaje.

La acción de la abrasión afecta a la estabilidad y permanencia de las microcápsulas independientemente del proceso de tejeduría utilizado y del gramaje del tejido.

5.3. APLICACIÓN POR AGOTAMIENTO

Los resultados obtenidos corroboran la necesidad de realizar lavados previos antes de iniciar los procesos de aplicación de productos microencapsulados por agotamiento, para evitar contaminación de partículas procedentes de los tejidos en los baños de lavado que distorsionarían los resultados de los tejidos tratados con microcápsulas.

- La temperatura de 60°C es considerada como temperatura óptima de trabajo para poder aplicar productos comerciales microencapsulados por agotamiento. La casa comercial del producto microencapsulado no recomienda trabajar a temperaturas superiores a 70°C , hecho que se corrobora con las conclusiones extraídas de que 60°C es una temperatura óptima de trabajo. Cabe recordar que en el interior de las microcápsulas se encuentra un producto volátil, aroma, que puede ver afectada su estabilidad por la acción de la temperatura.

El empleo de temperaturas de 80°C afecta a la estabilidad del producto microencapsulado, así mismo, la resina utilizada como ligante no ve alterado su comportamiento empleando esta temperatura.

- La temperatura de curado óptima de la resina es de 110°C , a esta temperatura no se produce un deterioro del producto comercial microencapsulado, y en vista de la necesidad de un tratamiento de activación térmica para conseguir un reticulado de la resina y con ello el anclaje de las microcápsulas al tejido, se considera dicha temperatura como temperatura óptima de trabajo.
- Las imágenes obtenidas por microscopía han mostrado que al emplear relaciones de baño de $1/40$ se observa menor cantidad de microcápsulas sobre el tejido.

Cabe destacar que para el empleo de relaciones de baño de $1/40$ es necesaria más cantidad de agua, y esta premisa desde el punto de vista industrial es importante considerarla, ya que no sólo se aumenta su consumo sino que se incrementa la cantidad de vertido, y todo ello repercute no sólo desde el punto de vista medioambiental sino también desde el punto de vista económico.

Además, al emplear relaciones de baño de $1/40$ las microcápsulas se ven afectadas por el incremento de la cantidad de agua en el baño de tratamiento, con la consiguiente pérdida de principio activo de las mismas al entrar en contacto con el agua del baño durante el tiempo de tratamiento de 40 minutos. Por ello, se considera $1/20$ como relación de baño óptima para la aplicación de productos microencapsulados por agotamiento.

- Empleando las mismas cantidades de productos que en la aplicación por impregnación (240% s.p.f. de producto microencapsulado y 40% s.p.f. de resina) se deposita elevada cantidad de microcápsulas entre las fibras de algodón, y a su vez, la cantidad de baño residual también se incrementa si se compara con el resto de baños de productos. Este hecho desde el punto de vista industrial no sólo supone el empleo de mayor cantidad de productos comerciales y con ello de un mayor gasto económico, sino que al generar mayor cantidad de vertido se requerirá de mayor consumo de energía para reducir las cargas contaminantes de las aguas residuales y esto también se traducirá en un incremento en el gasto económico.

Las cantidades recomendadas por la casa comercial de los productos, 6-12% s.p.f. de producto microencapsulado y 1-2% s.p.f. de resina ofrecen buenos resultados, pero empleando cantidades de 6% s.p.f. de producto microencapsulado y 1% s.p.f. de resina apenas se observan microcápsulas entre las fibras del tejido de algodón. El baño formado por 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina sería un baño óptimo a la vista de los resultados obtenidos.

Cabe destacar que el baño que emplea 24% s.p.f. de producto microencapsulado y 4% s.p.f. de resina ofrece a la vista de las micrografías obtenidas por microscopía electrónica rendimientos similares a la aplicación por impregnación, es decir, a partir de este baño el incremento en el número de partículas ya no es mucho más acusado, por ello, se considera también como óptimo, ya que además de ofrecer rendimientos similares al proceso por impregnación, se necesita menor cantidad de productos.

En función de la aplicación final del producto al que se le incorporarán las microcápsulas por agotamiento, se utilizará la composición de un baño u otro, 12% s.p.f. de producto microencapsulado y 2% s.p.f. de resina, y 24% s.p.f. de producto microencapsulado y 4% s.p.f., cantidades de productos óptimas para la aplicación de productos comerciales por agotamiento.

5.4. APLICACIÓN POR RECUBRIMIENTO Y PULVERIZADO

5.4.1. APLICACIÓN POR RECUBRIMIENTO

- Las microcápsulas aplicadas por recubrimiento son menos vulnerables a la acción de agentes externos que aquellas utilizadas en aplicaciones como impregnación y agotamiento. El recubrimiento, acetato de polivinilo, ejerce de film sobre el producto y lo protege en este caso de la acción de los lavados. Esta acción, lavado realizado de forma continuada, también puede afectar al mismo, con lo que la protección se verá debilitada, por lo que las microcápsulas podrán perder su principio activo y quedar en el recubrimiento sólo las membranas, o por el contrario, desprenderse del tejido y quedar contenidas en las aguas residuales de los lavados.
- Al incrementar la concentración de producto microencapsulado en la pasta, 30 g/L, la presencia del mismo tras cinco ciclos de lavado es más notoria que empleando cantidades de 10 y 20 g/L respectivamente.

5.4.2. APLICACIÓN POR PULVERIZADO

- En la aplicación por pulverizado las microcápsulas son más vulnerables a la acción de los agentes externos que en la aplicación por recubrimiento, puesto que se encuentran depositadas entre las fibras de poliéster y clorofibra que constituyen el pelo del tejido.
- El proceso de aplicación utilizado así como las operaciones posteriores pueden afectar a la estabilidad de las microcápsulas, es decir, éstas no presentan forma esférica antes de iniciar los ciclos de lavado. Se deberán controlar las presiones del pulverizador.
- Cantidades de baño compuestas por 60 g/L de producto microencapsulado y 40 g/L de resina son consideradas como óptimas para el caso que nos ocupa.

Al comparar ambos procedimientos, se llega a la conclusión de que si la aplicación se realiza por recubrimiento es posible que la acción de las microcápsulas no se ejerza por estar en la cara interna del tejido que según la aplicación puede estar protegida. Aunque los resultados por recubrimiento son mejores, puede ser que la aplicación final del tejido derive en su aplicación por pulverizado.

5.5. MÉTODO DE ANÁLISIS

Se determina la validez de los siguientes métodos y técnicas para evaluar el comportamiento de las microcápsulas en tejidos:

- La espectroscopía infrarroja (FTIR-ATR) es una técnica instrumental que permite conocer y corroborar la presencia de microcápsulas sobre los sustratos textiles y su degradación cuando éstos se someten a ciclos de lavado.
- La microscopía electrónica de barrido (SEM) permite conocer la situación y el estado de las microcápsulas que se encuentran sobre los tejidos.
- La espectroscopía electrónica de rayos X (XPS) permite determinar la presencia de microcápsulas sobre los sustratos textiles, a su vez, corrobora que el proceso de impregnación produce mejores rendimientos que el de agotamiento.
- El contador de partículas permite evaluar la cantidad de microcápsulas que se incorporan al tejido o bien las que salen de él durante los procesos de lavado.

5.6. CONCLUSIONES FINALES

Como conclusiones finales y comunes a toda la investigación realizada se destacan:

- La combinación de las distintas técnicas analíticas empleadas permite conocer el estado, forma, tamaño, posición y cantidad de microcápsulas presentes en el sustrato textil y en las aguas de lavado, son técnicas que se complementan.

- Las cantidades y condiciones de trabajo de los productos comerciales a emplear variarán en función del procedimiento de aplicación, por ello, la optimización previa es necesaria a fin de economizar en productos y en cánones de tratamiento de efluentes, además de crear y desarrollar procesos medioambientalmente sostenibles.

De este modo, se recomienda trabajar en la aplicación por impregnación con concentraciones de 60 g/L de producto microencapsulado y 10 g/L de resina con una temperatura de curado de la misma de 110°C.

En la aplicación por agotamiento las cantidades de productos comerciales óptimas son: 12/24% s.p.f. de producto microencapsulado y 2/4% s.p.f. de resina, con una temperatura máxima de trabajo de 60°C, relación de baño de 1/20 y temperatura de curado de la resina de 90°C.

En la aplicación por recubrimiento la pasta de recubrimiento estará compuesta por 30 g/L de producto microencapsulado y 250 g/L de resina, siendo la temperatura de curado de 90°C.

Y en la aplicación por pulverizado el baño de productos se compondrá de 60g/L de producto microencapsulado y 40 g/L de resina, temperatura de curado de 110°C con la necesidad de testar la presión del pulverizador.

- La optimización del proceso también se verá influenciada por la naturaleza de la fibra, la sección transversal y la estructura del tejido.

Las fibras filicas presentan más rendimientos en el proceso que las fibras fóbicas. Aquellas fibras con surcos o canales en su superficie ofrecen más rendimiento en la deposición de microcápsulas que las fibras lisas.

La estructura del tejido también influye, a mayor gramaje más microcápsulas se depositan sobre el mismo.

- La aplicación de tratamientos térmicos se ha de considerar al emplear productos microencapsulados que contienen en su interior productos volátiles.

- La fijación de las microcápsulas a los sustratos textiles es de vital importancia para dotar a los mismos de nuevas e innovadoras propiedades además de una elevada vida útil, por ello, también se ha de considerar la naturaleza de estos ligantes en función del tipo de aplicación que se desee realizar.

Así, no se considera un proceso de aplicación de productos microencapsulados mejor o peor, éste vendrá en función del uso final del sustrato textil, de la vida útil que se le quiera dar al mismo, de la posibilidad de la propia industria, etc. Como premisa común a todos los procesos es, conseguir que estos productos microencapsulados al ser aplicados sobre cualquier sustrato textil presenten un estado óptimo, es decir, que las microcápsulas tengan en su totalidad forma esférica y en su interior se encuentre la materia activa intacta.

6. INVESTIGACIONES FUTURAS

El presente trabajo de investigación, *Evaluación de las variables que intervienen en el proceso de aplicación de microcápsulas a estructuras textiles*, no concluye con la presentación del mismo, sino que se abre el camino a una serie de investigaciones futuras que a continuación se detallan:

- Las muestras de productos microencapsulados utilizados a lo largo de la investigación son comerciales, el desarrollo de formulaciones y condiciones de trabajo que permitan obtener microcápsulas conociendo con exactitud distintos principios activos y membranas, y que sean totalmente reproducibles en nuestros laboratorios, se convierte en una futura línea de investigación. También se contempla la posibilidad de desarrollar microcápsulas de membrana reactiva con fibras celulósicas.
- Por las características químicas de los productos utilizados en la elaboración de las microcápsulas, se requiere la necesidad de incorporar productos de ligado que permitan la adherencia de las microcápsulas a los sustratos textiles. Los ensayos de uso y mantenimiento afectan a la estabilidad de estos productos, por ello, el empleo de nuevos productos de ligado como ácidos policarboxílicos que presenten distintas composiciones también supondrá el inicio de nuevas investigaciones: optimización, estudio de la estabilidad de los mismos en el proceso, etc.
- En el trabajo de investigación se han utilizado tejidos compuestos principalmente por fibras de algodón y poliéster, con el objeto de evaluar el comportamiento sobre fibras que están en auge por ser biodegradables y respetuosas con el medio ambiente, una de las líneas de investigación futuras, se basará en la aplicación de microcápsulas sobre tejidos de biopolímeros, estudiándose diferencias en el comportamiento en su aplicación sobre tejidos de bambú, algodón orgánico, etc.
- En el sistema de aplicación de microcápsulas por recubrimiento, se ha demostrado que las microcápsulas al estar cubiertas por la propia pasta, están protegidas frente a la acción de agentes externos, éste, ejerce de film sobre el

producto y lo protege de la acción de los lavados y otras agresiones. La protección del recubrimiento no es total, ya que al frotar los tejidos se aprecia el aroma a lavanda, por lo que se produce la rotura de las membranas. Este sistema de aplicación abre el camino a futuras investigaciones centradas en la aplicación de microcápsulas de cambio de fase (PCM's) sobre tejidos de distinta naturaleza. Para este caso, el estudio de la naturaleza de la resina utilizada como ligante será primordial para las microcápsulas de cambio de fase. Será necesario evaluar conductividades térmicas, así como las cantidades a depositar con objeto de optimizar la absorción y liberación de calor, todo ello en función de la temperatura de cambio de fase de la sustancia encerrada en las microcápsula.