



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA

CAMPUS D'ALCOI



EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO AL USO Y
MANTENIMIENTO DE MICROCÁPSULAS
APLICADAS EN TEJIDOS DE POLIÉSTER CON
DIFERENTE GRAMAJE Y VELLOSIDAD

Alumno: José Manuel Milán Cuevas

Directora: Eva Bou Belda

Codirectora M^a Ángeles Bonet Aracil

Máster Universitario en Ingeniería Textil

Departamento de Ingeniería Textil y Papelera

Alcoy, Julio 2017

ÍNDICE

1.	INTRODUCCIÓN.....	3
1.1	INTRODUCCIÓN.....	4
1.1.1	LA INDUSTRIA TEXTIL. CRECIMIENTO E INNOVACIÓN.	4
1.1.2	TEXTILES INTELIGENTES	5
1.1.3	SISTEMAS DE ATRAPAMIENTO. MICROCÁPSULAS.....	6
2.	OBJETIVOS	8
2.1	OBJETIVOS	9
3.	EXPERIMENTAL.....	10
3.1	EXPERIMENTAL.....	11
3.1.1	MATERIALES EMPLEADOS.....	11
3.1.2	NORMATIVA EMPLEADA	13
3.1.3	DESCRIPCIÓN DE LOS TEXTILES	13
3.1.4	DETERMINACIÓN DEL GRAMAJE	14
3.1.5	COMPOSICIÓN DEL BAÑO.....	15
3.2	APLICACIÓN DE LAS MICROCÁPSULAS.....	15
3.2.1	PROCESO DE IMPREGNACIÓN.....	15
3.2.2	CÁLCULO DEL PICK-UP	17
3.2.3	PROCESO DE SECADO Y TERMOFIJACIÓN.....	18
3.3	RESISTENCIA AL LAVADO.....	18
3.4	CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS	20
3.5	ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO	20
4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	22
4.1	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	23
4.1.1	CÁLCULO TEÓRICO DE MICROCÁPSULAS	23
4.1.2	CARACTERIZACIÓN DE LOS TEJIDOS TRATADOS	26
4.1.3	ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO.....	29
4.1.4	CARACTERIZACIÓN DE LOS TEJIDOS LAVADOS	31
5.	CONCLUSIONES.....	37
5.1	CONCLUSIONES.....	38
6.	REFERENCIAS	40
6.1	REFERENCIAS	41

1. INTRODUCCIÓN

1.1 INTRODUCCIÓN

1.1.1 LA INDUSTRIA TEXTIL. CRECIMIENTO E INNOVACIÓN.

Con el paso del tiempo los diferentes sectores industriales han crecido y han encontrado la forma de adaptarse al mercado. El sector textil ha sido uno de ellos.

En la industria textil el recorrido de la materia prima hasta el producto final, está dividido en varias etapas, que a menudo, se realizan en distintas partes del mundo.

Partiendo inicialmente desde la obtención de las fibras (naturales, artificiales y sintéticas); pasando a través de los diferentes métodos de obtención del producto (tejidos de calada, de punto, no tejidos, etc.) y finalizando con los aprestos y acabados que le confieren al material diferentes propiedades extra (blanqueos, tinturas, impregnaciones, estampaciones, recubrimientos, laminados, etc.) para su consiguiente distribución y comercialización.

A esto se añaden diversos controles de calidad e imposiciones medioambientales procedentes de cada país para poder distribuirlos y comercializarlos sin que sean un peligro para la seguridad del usuario.

Es por ello, que se trata de una amplia cadena industrializada, cuyos orígenes artesanales se han visto obligados a evolucionar, amoldándose de esta forma a las nuevas necesidades que demanda el mercado.

Hasta llegar a la actualidad, con el paso del tiempo se ido invirtiendo cada vez más en investigación, desarrollo e innovación, hasta lograr crear textiles punteros, cuyas funciones los hacen productos estrella. Este valor añadido aporta una clara diferenciación sobre los productos de corte manufacturero.

Se trata pues de los denominados: “textiles inteligentes” [1].

1.1.2 TEXTILES INTELIGENTES

Funcionalizar un producto implica mejorar las prestaciones de éste mediante la aplicación de nanopartículas [2-6], , microcápsulas [7-13], microesferas [14-16], vesículas [17-19], etc., las cuales aportan nuevas propiedades y como se ha mencionado, se consigue un valor añadido.

A diferencia de un textil solo funcionalizado, el textil inteligente es aquel cuya estructura es capaz de actuar de forma autónoma, respondiendo a la acción de un estímulo externo, ya sea mediante la posesión o no de componentes de índole electrónica.

Actualmente la investigación y desarrollo de los prototipos de textiles funcionales e inteligentes se centra principalmente en un gran número de aplicaciones destinadas a diferentes campos: militar, moda, hogar, salud, geotextiles, deporte, ocio, construcción, etc.

A parte de las nuevas propiedades que se le confieren al artículo textil, es imprescindible que éste no pierda sus propiedades inherentes básicas (elasticidad, resistencia, tacto, etc.) por beneficiarse de su funcionalización y que sea viable desde el punto de vista económico de la empresa.

Un ejemplo práctico de textil inteligente puede ser un sustrato que incorpore un sensor preparado para detectar un aumento de temperatura o cambio de pH, emitiendo una señal eléctrica que es conducida a través de un apresto o acabado, poniendo en marcha la eclosión o apertura de microcápsulas, vesículas, etc.

Así pues, se destacan tres tipos de textiles inteligentes [20]:

- Textiles inteligentes pasivos: Son aquellos cuya propiedad está dotada de forma continuada al textil, como podría ser un tejido que desprende olor.
- Textiles inteligentes activos: Son aquellos cuya interacción con el entorno les permite reaccionar. Como ejemplo destacado se puede mencionar los PCM's (materiales de cambio de fase).

- Textiles inteligentes ultra-activos: Se diferencian de los activos en que son capaces de gestionar la información, almacenarla y actuar en consecuencia. Un ejemplo de ello son las prendas que miden las funciones corporales del usuario y las registran para aplicaciones siguientes. Este tipo de textil se suele basar principalmente en la unión de la nanotecnología y la electrónica.

1.1.3 SISTEMAS DE ATRAPAMIENTO. MICROCÁPSULAS

Para entender el concepto de microcápsula primero hay que remitirse a los sistemas de atrapamiento [21-22].

Un sistema de atrapamiento consiste en la retención de pequeñas partículas, líquidos o gases para su aplicación en el textil y su funcionalización.

Este sistema consta de dos partes: Una fase externa o contenedora y una fase interna, con el principio o agente activo a liberar. Al mismo tiempo puede ser de dos tipos: abierto o cerrado, que vendrá definido por su fase externa o contenedora.

La diferencia entre uno u otro sistema, estriba en que mientras el abierto atrapa el principio activo [21], el cerrado lo encapsula [22].

En cuanto a sistemas de atrapamiento abiertos, se pueden encontrar: ciclodextrinas, sepiolitas, zeolitas, dendrímeros, etc.; por otro lado, como ejemplos más representativos de sistemas de atrapamiento cerrados se pueden nombrar: las microcápsulas, microesferas, liposomas, etc.

Dado que en el presente proyecto se emplearán las microcápsulas (MICs), es importante definir qué son y en qué consisten.

A diferencia de las microesferas (compuestas por un solo material, donde el propio material actúa de principio activo), las microcápsulas son partículas compuestas por uno o varios agentes activos en su interior, cuya

membrana (fase externa) protege el núcleo (principio activo), hasta que éste se abre y libera su composición tras recibir un estímulo externo.

Generalmente, su tamaño de partícula oscila entre 1 y 100 μm y el espesor de su membrana entre 0,5 y 50 μm .

Dependiendo del tipo de aplicación o sector al que vaya a ser destinada (industria médica, farmacéutica, textil, química, alimentaria, etc.) se clasifican según las características del principio activo que a va a ser encapsulado, la materia de la que está formada la membrana, su mecanismo de liberación y el método de microencapsulado [23] que ha sido empleado.

Según las características que se requieran para su principio activo, esta materia puede tener un estado sólido, de líquido hidrófobo o gaseoso, pudiendo ser además, una emulsión, una dispersión o una solución acuosa.

Paralelamente, la membrana puede estar formada por un polímero natural, sintético o semisintético, por lípidos, por materiales inorgánicos, etc. Y al mismo tiempo puede ser de tipo soluble (disolución de la membrana) o insoluble.

Cuando ésta es de tipo insoluble puede ser permeable (libera con el transcurso del tiempo su principio activo) o impermeable (al romperse libera su núcleo).

Atendiendo a su permeabilidad, su mecanismo de liberación se basa en la difusión de la materia a través de la membrana; mientras que cuando se refiere a la impermeabilidad mecanismo liberador debe venir causado por un estímulo físico o térmico.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVOS

El presente trabajo fin de máster tiene como objetivo principal el estudio de la influencia del tipo de tejido de poliéster (PES), de distintos gramaje, vello, estructura y tipo de fibra del que se componen, sobre la resistencia del tratamiento con microcápsulas (Ilustración 1) estudiando la permanencia después de diversos ciclos de lavado.

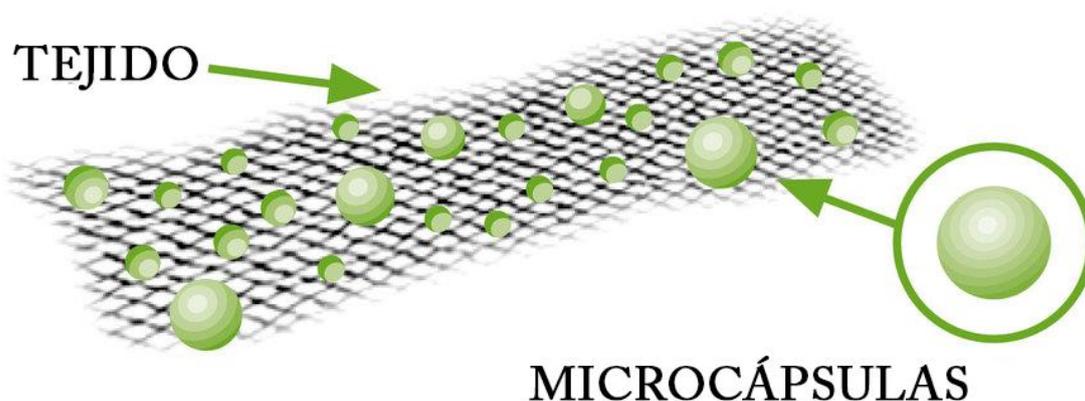


Ilustración 1.- Representación gráfica de las microcápsulas presentes en el tejido.

Para lograr tal fin se empleará como principio activo microencapsulado, el aceite esencial de romero, que cuenta con un olor muy perceptible y será necesario para comprobar mediante análisis sensorial olfativo la resistencia al lavado de las microcápsulas en los diferentes textiles tras su frotamiento.

Para su determinación, se analizará el comportamiento de las MICs en las fibras mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) con tal de evaluar la presencia y estado de las microcápsulas adheridas a las fibras textiles.

3. EXPERIMENTAL

3.1 EXPERIMENTAL

El procedimiento experimental del presente trabajo fin de máster ha sido llevado a cabo en los laboratorios de Química Textil e Instrumental del Departamento de Ingeniería Textil y Papelera, de la Universidad Politécnica de Valencia, y su campus en Alcoy (Escuela Politécnica Superior de Alcoy), habiéndose efectuado paralelamente los lavados de forma doméstica.

La investigación se ha llevado a cabo para estudiar el comportamiento de la resistencia de microcápsulas al deterioro y al abandono de la estructura textil, tras sus ciclos de limpieza. Su objetivo es determinar si la influencia del gramaje y la estructura del tejido influyen en la retención, deterioro y durabilidad del tratamiento en éste.

3.1.1 MATERIALES EMPLEADOS

Los materiales objeto de ensayo han sido seis sustratos textiles comerciales de poliéster 100% con diferentes gramaje y velloidad [3]. Los tejidos mencionados y sus respectivos gramajes (g/ m^2) son los siguientes:

1. Bayeta de Microfibra. $\rightarrow 280 \text{ g/m}^2$.
2. Tejido Polar. $\rightarrow 220 \text{ g/m}^2$.
3. Toalla de Microfibra. $\rightarrow 190 \text{ g/m}^2$.
4. Toalla de Microfibra (Rizo). $\rightarrow 240 \text{ g/m}^2$.
5. Tejido de Calada. $\rightarrow 80 \text{ g/m}^2$.
6. Bayeta de Calada. $\rightarrow 220 \text{ g/m}^2$.

Las microcápsulas comerciales de tipo impermeable empleadas estaban constituidas por una membrana de melamina formol y como principio activo, el aceite esencial de romero. En conjunto con éstas se ha utilizado resina de dispersión de base acrílica STK-100 de Color Center, como ligante. Cabe resaltar que las microcápsulas no tienen ninguna afinidad por las fibras textiles, con lo que se precisa la utilización de resina como agente de ligado entre las microcápsulas y las fibras.

Para los ensayos de resistencia al lavado [4] se ha utilizado una lavadora doméstica lavadora doméstica THOR TL1 1000 con capacidad para 6 Kg de tejido, empleando 25 ml de detergente comercial cuya composición oscila en torno a un 5-15% de tensioactivos aniónicos, inferior al 5% de tensioactivos no iónicos, jabón y perfumes: Methylisothiazolinone y Benzisothiazolinone. El baño doméstico al que se ha recurrido es de aproximadamente 5L, en programa corto de lavado a 60°C y centrifugado a 1000 rpm.

Resina Acrílica STK-100 de Color Center

3.1.2 NORMATIVA EMPLEADA

El ensayo de lavado se ha realizado según la norma UNE-EN ISO 6330:2012 (Textiles. Procedimientos de lavado y secado domésticos para los ensayos textiles) [4]. Sus especificaciones se indican a continuación (Tabla 1):

UNE-EN ISO 6330:2012	Especificaciones		
	Tipo de lavadora doméstica	Tipo de lavado	Tipo de secado
	A (Tambor horizontal y carga frontal)	6N (Temperatura de lavado = 60°C)	A (Secado al aire)

Tabla 1.- Especificaciones norma UNE-EN ISO 6330:2012. Textiles. Procedimientos de lavado y secado domésticos para los ensayos textiles.

3.1.3 DESCRIPCIÓN DE LOS TEXTILES

Se trabajó con seis tejidos de PES 100% (Ilustración 2), cuya estructura, gramaje y color presentaron cualidades distintas de una muestra a otra para su estudio y su fácil distinción visual.



Ilustración 2.- Representación gráfica de las microcápsulas presentes en el tejido.

3.1.4 DETERMINACIÓN DEL GRAMAJE

Para calcular el gramaje de las muestras (Ilustración 5), éstas fueron cortadas con un disco dentado calibrado de $\varnothing 11,3$ cm (Ilustración 3 y 4) y multiplicado su peso por 100 (m^2).



Ilustración 3.- Disco dentado normalizado.

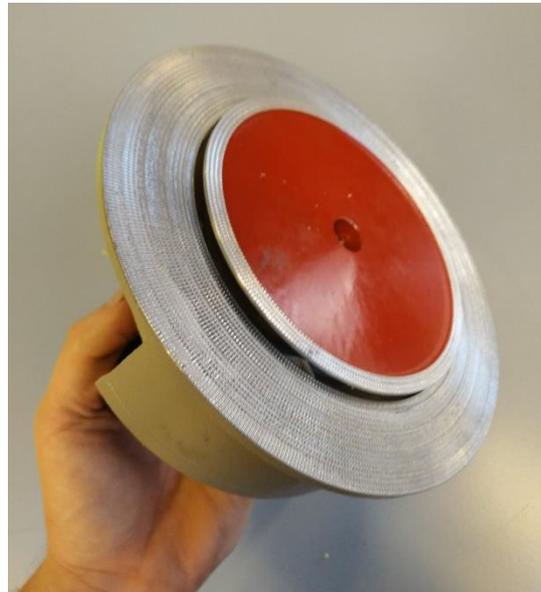


Ilustración 4.- Chuchilla del disco dentado.

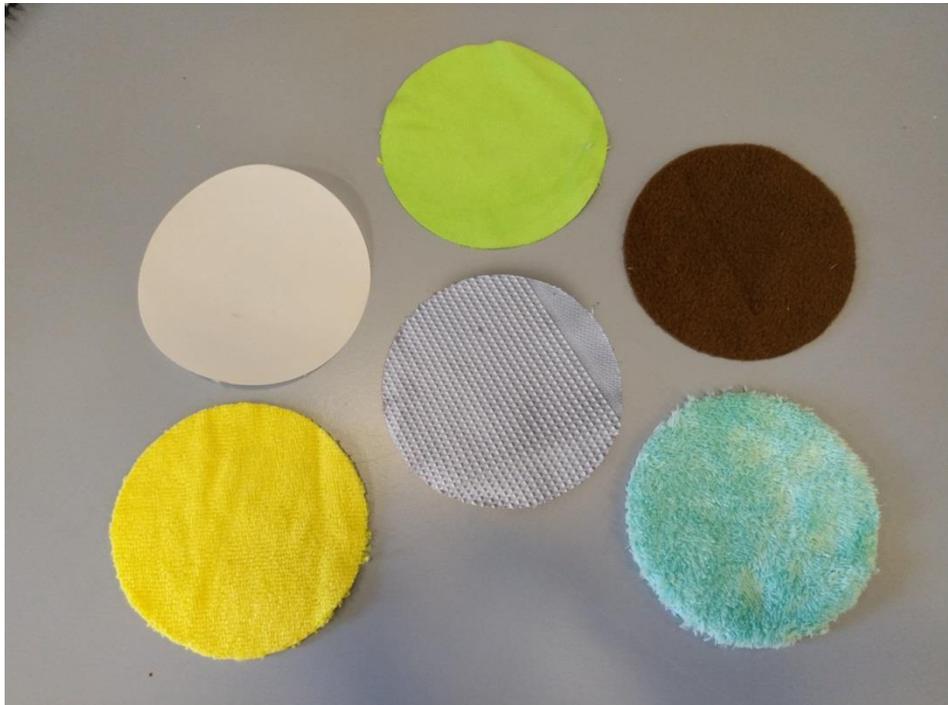


Ilustración 5.-Muestras cortadas para calcular su gramaje.

3.1.5 COMPOSICIÓN DEL BAÑO

Se ha empleado una única formulación (Tabla 2) para el baño de tratamiento de impregnación. La formulación óptima ha sido la siguiente:

Baño	Composición (g/L)	
	Microcápsulas	Resina acrílica
	60	10

Tabla 2.- Formulación del Baño de tratamiento.

3.2 APLICACIÓN DE LAS MICROCÁPSULAS

3.2.1 PROCESO DE IMPREGNACIÓN

El equipo seleccionado para llevar a cabo la aplicación de las microcápsulas sobre los sustratos textiles ha sido el Fulard horizontal modelo 2608 TEPA (Ilustración 6 y 7), cuyo sistema de tratamiento en húmedo es la impregnación.

El fulardado es un sistema de impregnación, que consiste en un proceso de inmersión rápida de la materia textil por las dos caras en el baño de tratamiento. El producto químico contenido en el baño se deposita mecánicamente en el textil por absorción de éste. Se elimina el exceso de baño absorbido cuando el tejido pasa por los rodillos para su escurrido.

Este proceso fue escogido debido a que los sistemas de impregnación no precisan de afinidad entre el producto químico y la fibra, ofreciendo de por sí un excelente resultado.

Para realizar la impregnación de manera eficiente se cosieron los seis tejidos de forma consecutiva por un extremo y se inició el proceso.

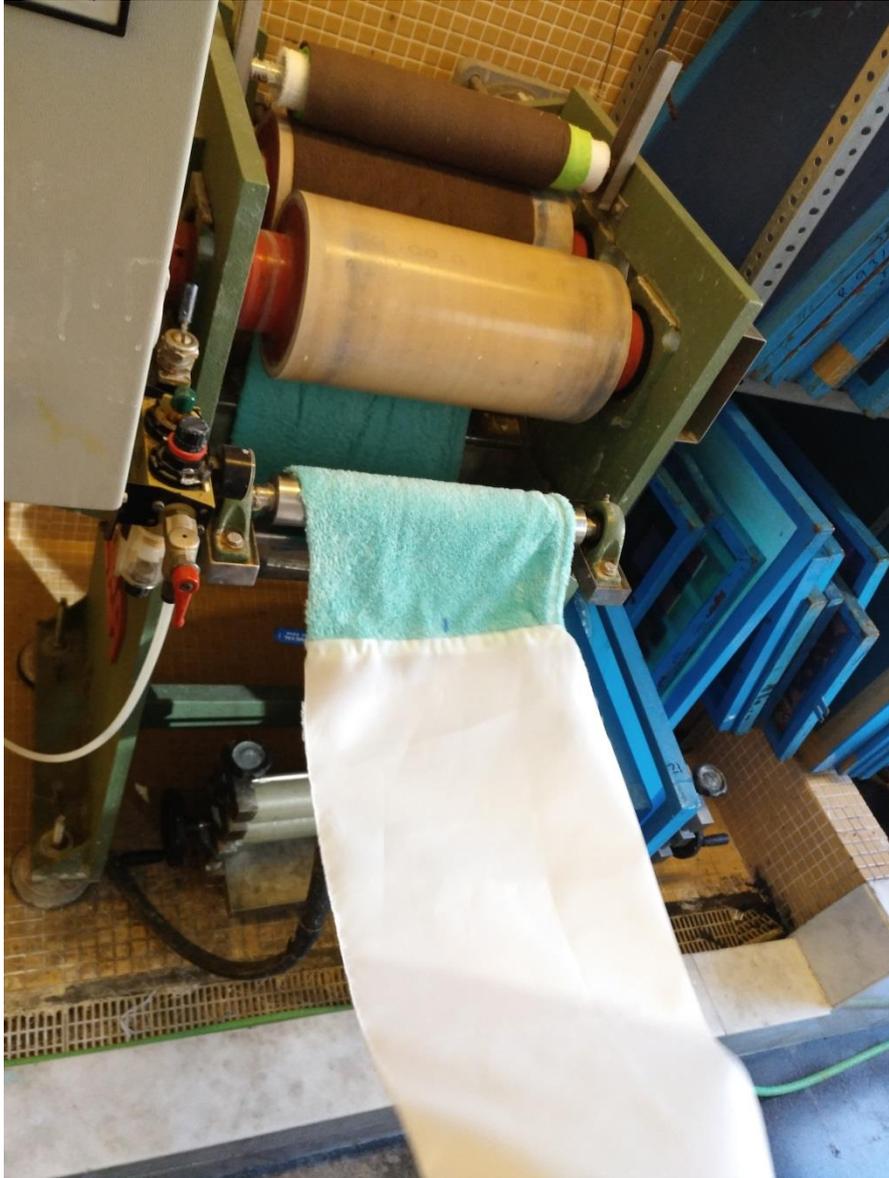


Ilustración 6.-Fulard horizontal modelo 2608 TEPA.



Ilustración 7.- Fulard horizontal modelo 2608 TEPA.

3.2.2 CÁLCULO DEL PICK-UP

Después de la impregnación, se eliminaron las costuras y se procedió a calcular el Pick-up de los sustratos.

El Pick-up es el cálculo que se realiza para determinar el porcentaje de absorción del producto químico contenido en el baño de tratamiento por parte del tejido. Se obtiene empleando la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Baño absorbido} = \frac{\text{PH} - \text{PS}}{\text{PS}} * 100$$

Donde PS = peso en seco del tejido; PH = peso del tejido tras su tratamiento en húmedo.

A continuación se obtiene el Pick-up resultante de las diferentes muestras de PES tras el baño:

MUESTRAS	PESO (g)		PICK-UP (%)
	PS	PH	
Bayeta de Microfibra	50,0	94,5	89,0
Tejido Polar	56,0	106,1	89,5
Toalla de Microfibra	46,0	91,9	99,8
Toalla de Microfibra (Rizo)	63,2	147,1	132,7
Tejido de Calada	19,9	20,8	4,5
Bayeta de Calada	65,6	113,6	73,2

Tabla 3.- Valores resultantes del Pick-up de las muestras.

Tal y como se observa (Tabla 3), se obtienen valores muy dispares según las características de cada uno de los tejidos, a pesar de utilizar las mismas condiciones de impregnado. Estos resultados serán analizados en el apartado de resultados.

3.2.3 PROCESO DE SECADO Y TERMOFIJACIÓN

Una vez acabado el proceso de fulardado y calculado su pick-up, las muestras se colocaron en una cinta móvil, que las condujo a un túnel de secado para conseguir que las microcápsulas quedaran fijadas a las probetas. Se realizaron dos pasadas de las muestras: la primera para su secado y la segunda para termofijar la resina (mediante polimerización). Este proceso de fijado es necesario para que la resina añadida en el baño de tratamiento junto a las microcápsulas polimerice al alcanzar una temperatura de 110°C y con ello ejerza la función de adhesivo entre las fibras y las microcápsulas.

3.3 RESISTENCIA AL LAVADO

Con objeto de estudiar la pérdida de olor y como consecuente el deterioro o pérdida de las microcápsulas tras el desgaste por los lavados, se llevaron a cabo diez ciclos de limpieza (lavado y un secado).

El equipo empleado para llevar a cabo los lavados, ha sido una lavadora doméstica modelo THOR TL1 1000.

El ciclo de limpieza consistió, primeramente, en un lavado y centrifugado en programa corto, con 25 ml de detergente y un posterior secado de 24h de duración antes del siguiente ciclo.

Una vez que finalizaba cada ciclo, se examinan sensorialmente los textiles y se anotan sus resultados. Con tal de poder analizar cada una de los tejidos tratados, éstas se dividen en 3 muestras (Tabla 4 y 5), distintas según el

número de lavados a los que se les somete para posteriormente caracterizarlas al microscopio electrónico de barrido (SEM) [5]

ANÁLISIS ORANOLÉPTICO + SEM	EN ORIGINAL
	L5
	L10

Tabla 4.- Muestras a analizar.

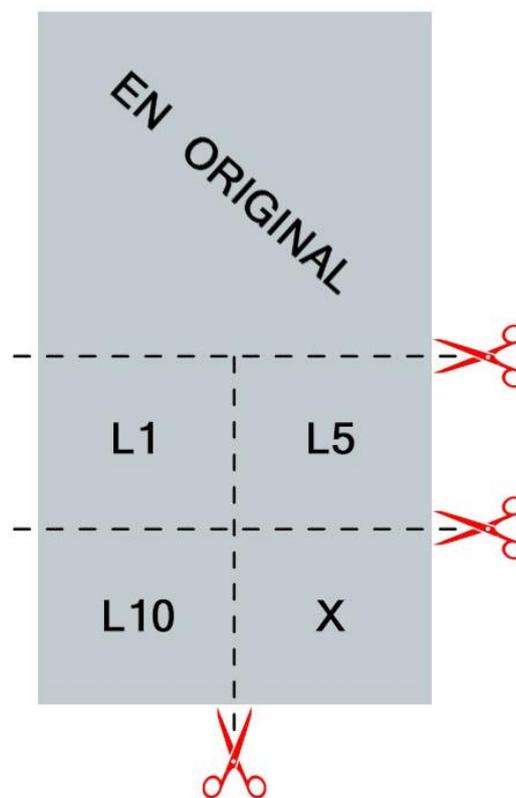


Ilustración 8.- Corte de las muestras.

Ilustración 8.- Donde L(n) = número de lavados; EN ORIGINAL = Tejido sin pretratamiento de limpieza.

3.4 CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS

Al mismo tiempo que se efectuaban los procedimientos anteriormente mencionados, se fueron almacenando cuatro muestras para posteriormente ser analizadas bajo Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). Este tipo de microscopio permite visualizar las muestras a grandes aumentos, pudiendo con ello visualizar la presencia y estado de las microcápsulas presentes en los tejidos, así como la localización en las que se sitúan.

De este modo, se realizará un estudio comparativo de las imágenes tomadas de las muestras tratadas y las muestras sometidas a varios ciclos de lavados. Pudiendo valorar la posible pérdida o degradación de las microcápsulas.

La caracterización de las muestras se ha llevado a cabo mediante el microscopio electrónico de barrido Phenom Microscope (FEI Company).

3.5 ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO

El estudio subjetivo residió en un análisis olfativo, cuyo objeto, fue determinar la permanencia del producto químico en los diferentes tipos de tejidos. Para ello, se inhaló la fragancia del principio activo de las MICs, lo que permitió dejar constancia de su presencia en la estructura textil.

Una vez completado cada ciclo de limpieza, se realizó el frote sobre los extremos de cada tejido. Se efectuó de esta forma con el fin de no corromper la zona central de la muestra, destinada a su posterior análisis y recuento teórico de microcápsulas.

Para realizar la valoración se creó una escala, donde 10 = aroma fácil de identificar y 0 = no hay presencia de aroma. Como criterio a seguir, se tomó

como referencia el tejido en original, el cual tendría el valor máximo, al ser el menos procesado y por lo tanto desgastado.

La valoración organoléptica ha sido realizada por tres personas y dejando cierto tiempo entre el análisis de cada una de las muestras.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este apartado se muestran los resultados obtenidos en cada una de las fases del presente trabajo. Primeramente, se calcula la cantidad teórica de microcápsulas depositadas en el cada uno de los tejidos de poliéster con diferentes características, calculado a partir del pick-up.

Posteriormente se caracterizan las muestras tratadas con microcápsulas con el microscopio electrónico de barrido (SEM), con tal de verificar la presencia de las microcápsulas.

Con el fin de valorar la resistencia de las microcápsulas a permanecer en el tejido, las muestras son sometidas a 10 ciclos de lavado. Después de cada lavado doméstico se realiza un análisis organoléptico, en el cual se valora la liberación de aroma de romero.

Por último, se caracterizan los tejidos tratados después de 5 y 10 lavados mediante el microscopio SEM con el objeto de valorar la posible pérdida o degradación de las microcápsulas y estudiar la influencia del tipo de tejido de poliéster utilizado.

4.1.1 CÁLCULO TEÓRICO DE MICROCÁPSULAS

Para conocer el número de microcápsulas teórico depositadas sobre cada uno de los tejidos después del tratamiento mediante impregnación, se parte de los siguientes datos:

- Cantidad de microcápsulas en el baño de tratamiento: 60 g/L.
- % Pick-up obtenido después del tratamiento.

A continuación, se detalla en la Tabla 5 el % pick-up de cada uno de los tejidos tratados según el gramaje de cada uno de ellos:

MUESTRAS	Gramaje (g/m ²)	PICK-UP (%)
Bayeta de Microfibra	280	89,0
Tejido Polar	220	89,5
Toalla de Microfibra	190	99,8
Toalla de Microfibra (Rizo)	240	132,7
Tejido de Calada	80	4,5
Bayeta de Calada	220	73,2

Tabla 5.-Pick-up según gramaje de los tejidos.

En la siguiente figura (Ilustración 9) se representan los pick-up (%) obtenidos en cada uno de los tejidos. A simple vista se observa una gran diferencia de resultados a pesar de utilizar las mismas condiciones de tratamiento en el sistema de fulardado. Esto es debido a las características del tejido y la capacidad de absorción que presenta cada uno, teniendo en cuenta un factor tan relevante como la presencia de microfibras en la estructura.

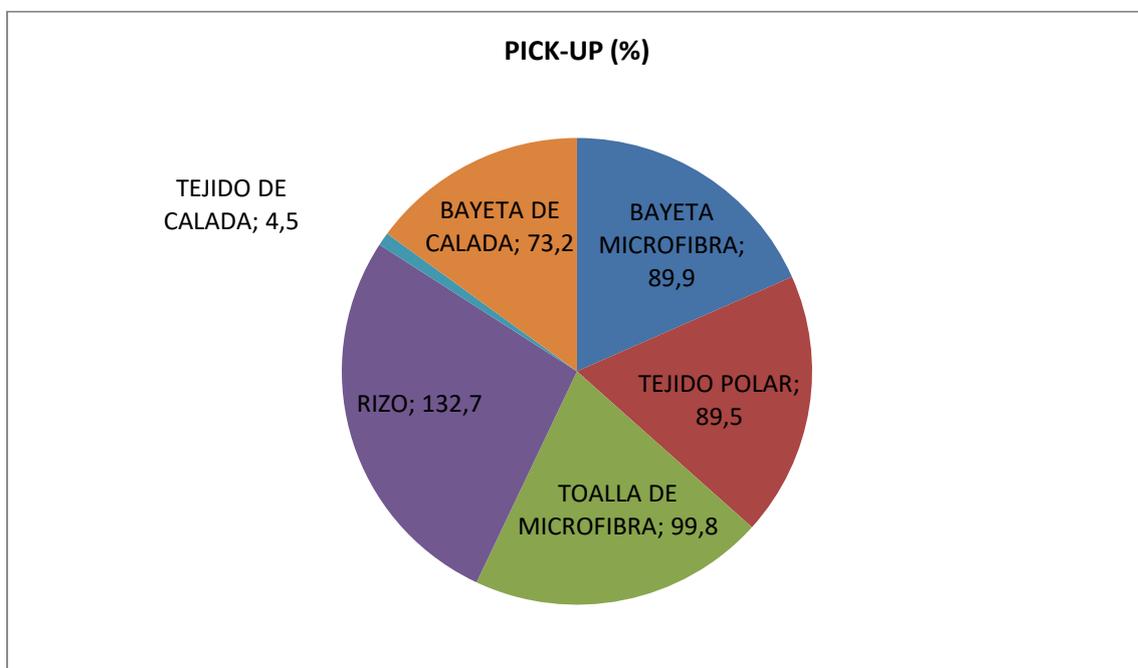


Ilustración 9.- Representación gráfica por sectores del Pick-up.

A simple vista se observa una diferencia significativa del porcentaje de absorción de la toalla de microfibra (rizo) respecto los demás tejidos, obteniendo éste sustrato el mayor pick-up. Siendo, por tanto éste el más hidrófilo de los ensayados.

Por otro lado el tejido menos hidrófilo ha resultado ser el Tejido de Calada, con un pick-up del 4,5%. Como característica a destacar frente a los demás sustratos, el Tejido de Calada cuenta en su estructura liviana de menor gramaje de todos ellos. Estos factores pueden ser los causantes de que la muestra haya absorbido menor baño de tratamiento y por lo tanto recogido menos cantidad de microcápsulas.

A partir de estos datos, se calcula la cantidad de microcápsulas en el tejido después del tratamiento (Tabla 6).

MUESTRAS	PICK-UP (%)	Cantidad de microcápsulas/100 g de tejido
Bayeta de Microfibra	89,0	5,34
Tejido Polar	89,5	5,37
Toalla de Microfibra	99,8	5,988
Toalla de Microfibra (Rizo)	132,7	7,962
Tejido de Calada	4,5	0,27
Bayeta de Calada	73,2	4,392

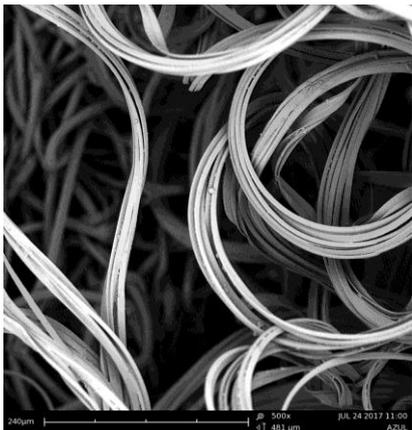
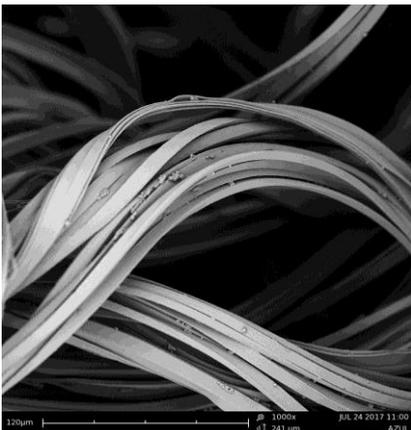
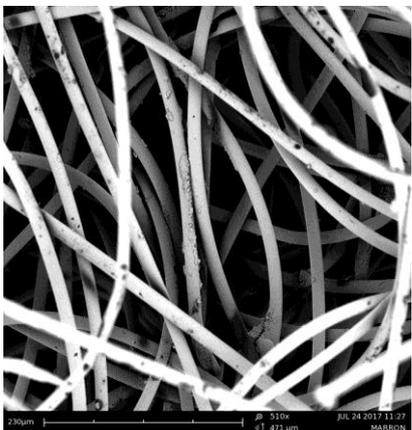
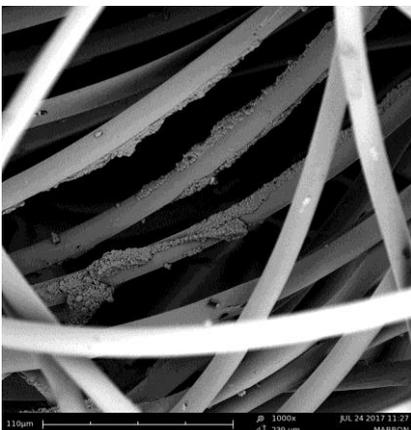
Tabla 6.- Cantidad de microcápsulas en el tejido después del tratamiento.

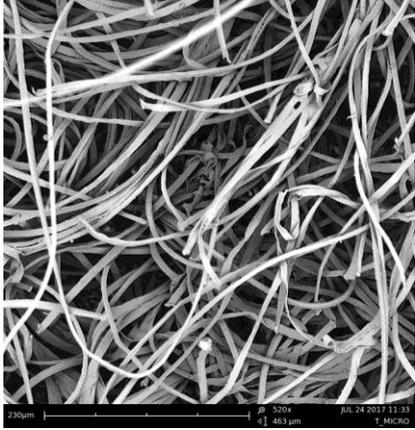
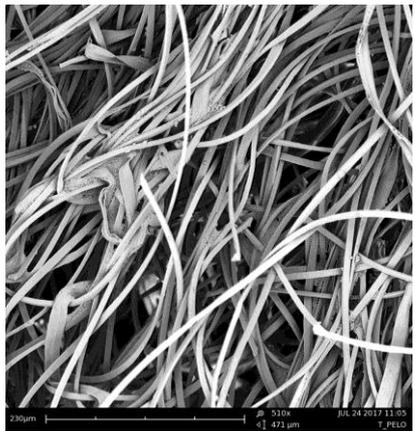
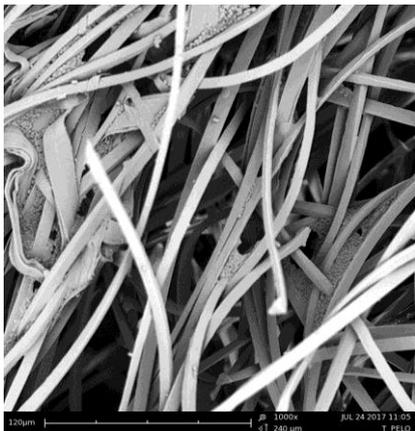
Tal y como cabía esperar a mayor porcentaje de baño absorbido, mayor cantidad de microcápsulas adheridas al tejido.

4.1.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS TEJIDOS TRATADOS

La microscopía electrónica de barrido (SEM) proporciona información acerca de la apariencia y estado de las microcápsulas en la estructura textil, tras ser observada con elevados aumentos.

A continuación se muestran las imágenes de los distintos tejidos obtenidas mediante esta tecnología (Tabla 7). Estos sustratos se encuentran en la fase previa al inicio del desgaste por lavado doméstico. En este punto se considera la apreciación, en cuanto a la incorporación de las microcápsulas sobre los distintos tipos de textiles de poliéster escogidos.

MUESTRAS TRATADAS		
Bayeta de Microfibra 	Aumentos 500x 	Aumentos 1000x 
Tejido Polar 	Aumentos 500x 	Aumentos 1000x 

<p>Toalla de Microfibra</p> 	<p>Aumentos 500x</p> 	<p>Aumentos 1000x</p> 
<p>Toalla de Microfibra (Rizo)</p> 	<p>Aumentos 500x</p> 	<p>Aumentos 1000x</p> 
<p>Bayeta de Calada</p> 	<p>Aumentos 500x</p> 	<p>Aumentos 1000x</p> 

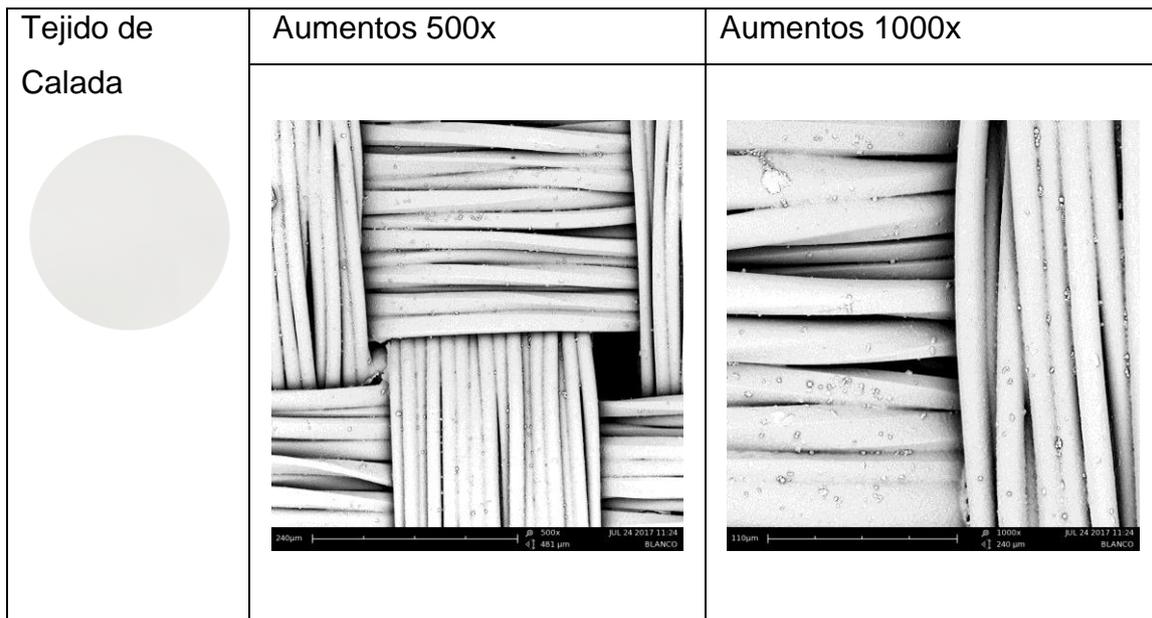


Tabla 7.- Imágenes Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) tras el tratamiento de Impregnación con microcápsulas.

En las imágenes de los seis tipos de muestras, se aprecia perfectamente cómo las microcápsulas se han adherido a la fibra de los tejidos.

Las microcápsulas cuentan con una forma esférica, exhibiendo distintos tamaños. También hay una clara manifestación del ligante empleado para su unión con el tejido, la Resina Acrílica STK-100 de Color Center.

Debido al a la acción del ligante, las microcápsulas tienden a reagruparse formando acumulaciones en las diversas partes de la fibra. Por lo tanto, su distribución en ésta no se produce de forma homogénea. No obstante, la repartición de microcápsulas en el tejido de calada presenta una tendencia más regular que en el resto de muestras; siendo más irregular y focalizada en dsitintos puntos de la fibra del tejido polar.

Al mismo tiempo, hay que destacar que no se aprecia la misma cantidad de material en la caracterización de según qué muestra.

4.1.3 ANÁLISIS ORGANOLÉPTICO

Llegado a este punto, se construyó una gráfica (Ilustración 10) donde se plasmaron visualmente los resultados alcanzados por las muestras (Tabla 8).

	BAYETA MICROFIBRA	POLAR	TOALLA MICROFIBRA	TOALLA MICROFIBRA RIZO	TEJIDO CALADA	BAYETA CALADA
L1	8	8,5	8,1	7,5	4	6,7
L2	7,5	8	7,7	7,4	3	6,4
L3	7,2	7,7	7,5	7,2	2	6
L4	7	7,5	7,1	6,7	1,5	5,7
L5	6,5	7,2	6,7	5,7	0,8	5,5
L6	5,5	7	6	5	0,1	5
L7	4,5	6,7	5,5	4	0	4,7
L8	4	6	5	3,5	0	4,1
L9	3	5,7	4,5	2,7	0	3,7
L10	2,8	5,4	4	2	0	3

Tabla 8.- Resultados obtenidos tras el Análisis Organoléptico.

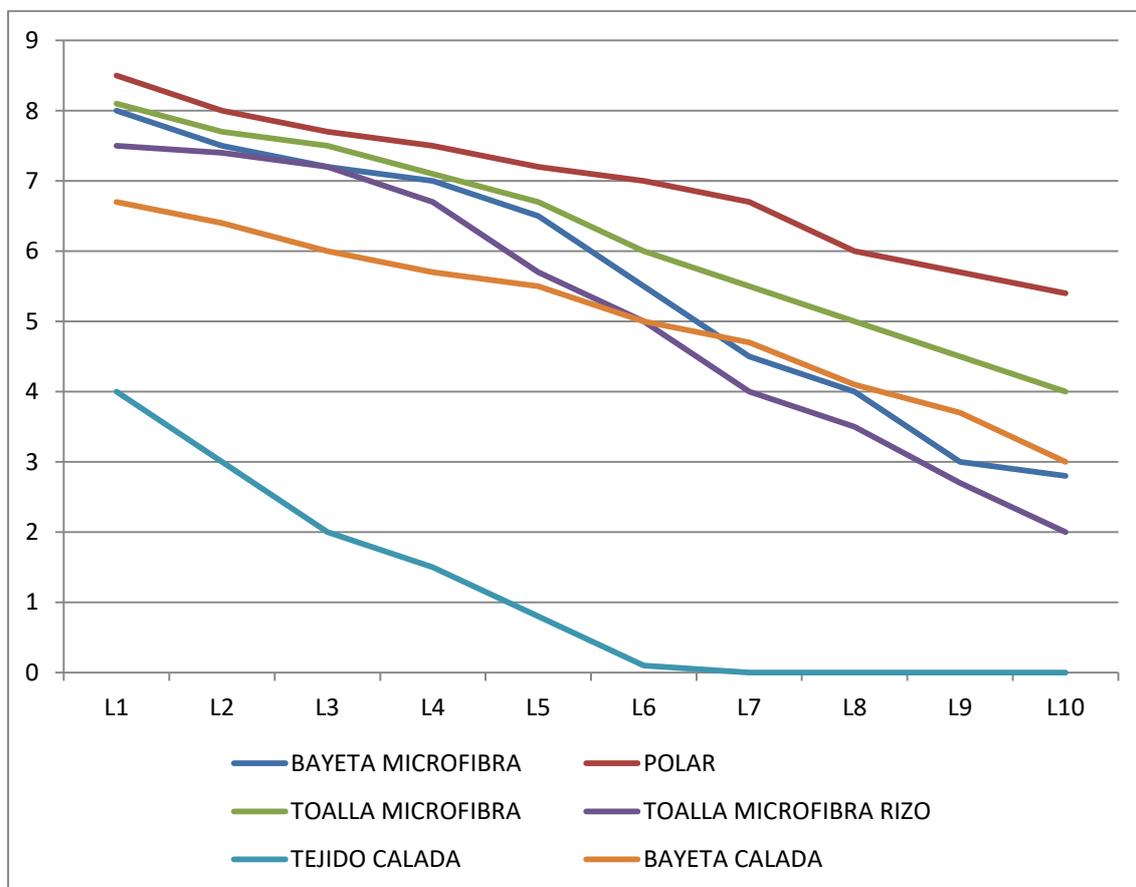


Ilustración 10.- Pérdida de aroma progresiva tras los sucesivos ciclos de lavado.

Como se aprecia en ésta, las curvas de los tejidos alcanzan unos valores situados en un rango cercano; excepto por el tejido de calada, el cual debido a su peso y estructura, no logró superar la puntuación conseguida por sus semejantes, obteniendo en primera instancia un olor muy débil y perdiendo rápidamente su intensidad tras cada lavado, volviéndose prácticamente inoloro a partir del sexto.

Entre el primer y el quinto lavado y siguiendo el orden de mayor puntuación, se encuentra: el tejido polar, la toalla de microfibra, la bayeta de microfibra, la toalla de microfibra de rizo y la bayeta de calada. La apreciación del aroma fue considerablemente superior al tejido de calada, persistiendo razonablemente tras cada ciclo de limpieza.

Fue a partir del quinto lavado donde se aprecia un descenso de olor cada vez más notable en la bayeta de microfibra y en la toalla de microfibra de rizo, volviéndose su pendiente más acentuada. En estos supuestos, una vez se detectaba la intensidad de su aroma, éste se desvanecía con rapidez. En el caso del tejido de rizo, con una curva inferior al de la bayeta de microfibra, esta pérdida de microcápsulas podría deberse también a la disposición del pelo del tejido y su mayor fluctuación en el centrifugado de los lavados,.

Por otro lado, las curvas que experimentaron un decrecimiento más estable fueron: el tejido polar, la toalla de microfibra y la bayeta de calada, los cuáles mostraron una similitud paralela entre ellos, perdieron su olor en una medida más proporcional al resto de tejidos ensayados.

El tejido polar resultó ser el más eficiente a la hora de retener microcápsulas, esta cualidad puede deberse al tipo de perchado con el que se procesa el tejido. Al disponer de una longitud de pelo inferior al de rizo, lo vuelve más eficiente a la hora de retener las microcápsulas, pues éstas experimentan un movimiento menos agresivo al ser sometidas al centrifugado del lavado.

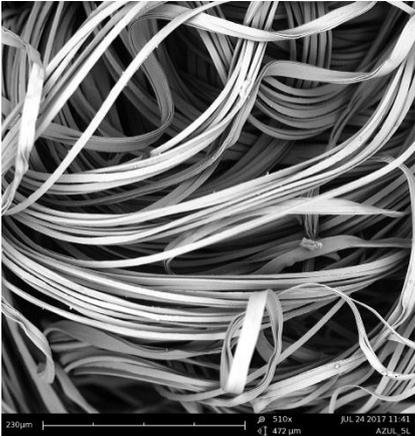
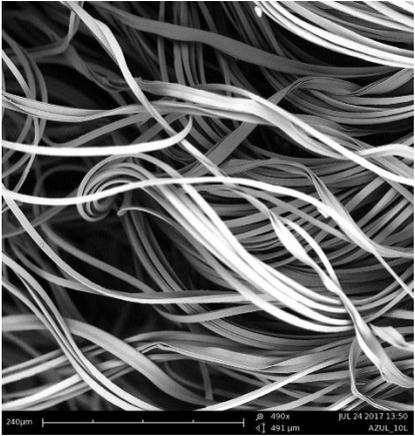
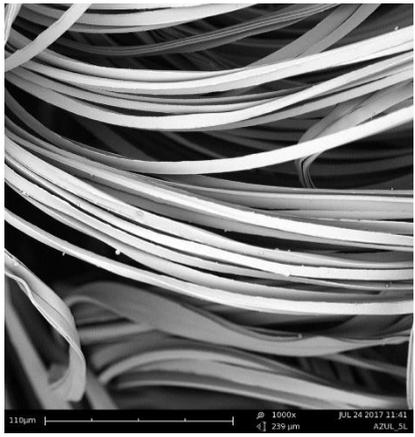
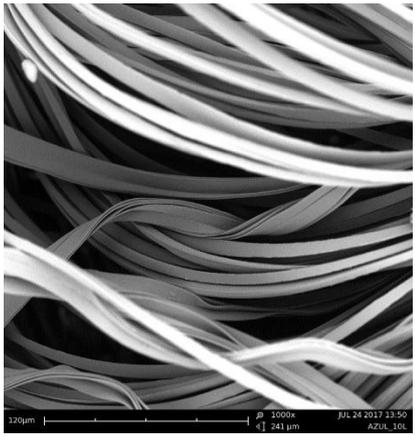
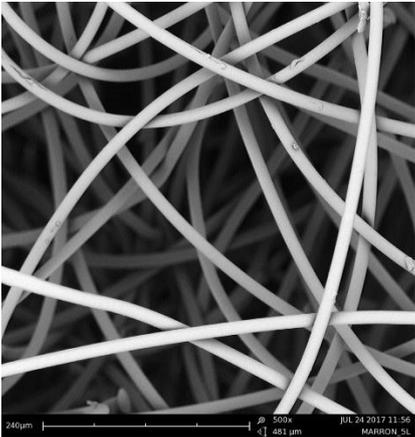
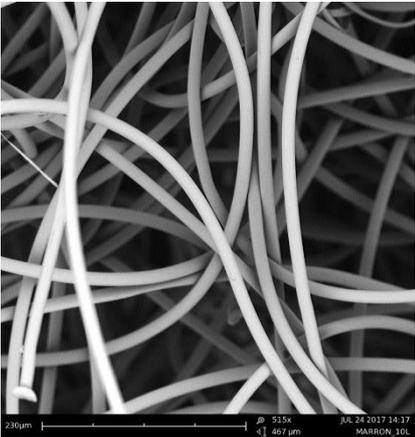
Como conclusión y en comparación con los valores obtenidos en el pick-up, se extrae que, aunque a mayor gramaje más absorbe tratamiento químico; no existe una relación del 100% fiable en cuanto la cantidad de absorción del baño de tratamiento absorbido, con la pérdida progresiva del químico tras su desgaste por los lavados consecutivos. De ello, no sólo dependen factores como el gramaje, sino también el tipo de estructura con los que están fabricados los tejidos, y la reactividad superficial de éstos, juegan también un papel notorio en la resistencia de las microcápsulas a deteriorarse y salir de la estructura textil. Su análisis debe ser complementado con un estudio microscópico de sus fibras. Para obtener una resolución y dar una descripción objetivamente más exacta se lleva a cabo posteriormente un análisis visual en el SEM.

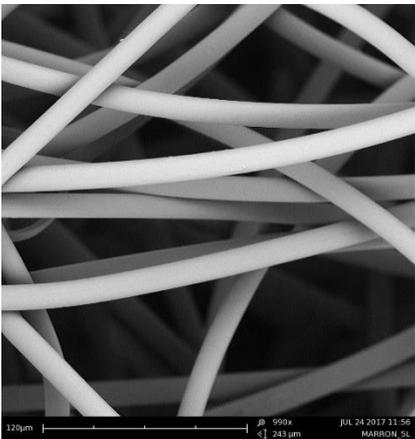
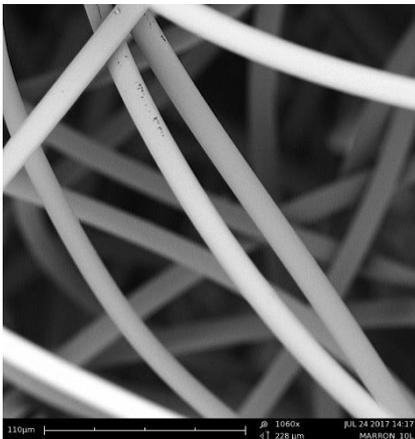
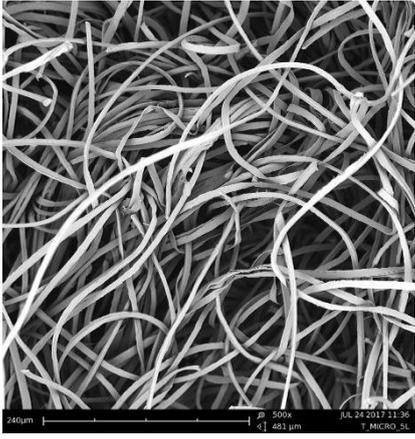
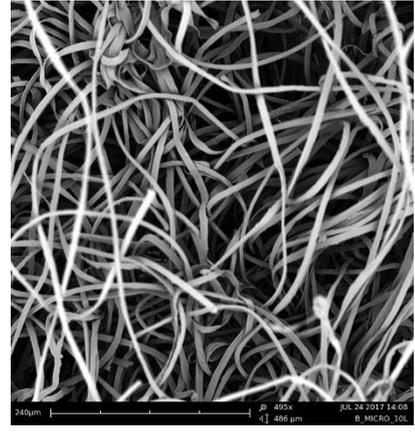
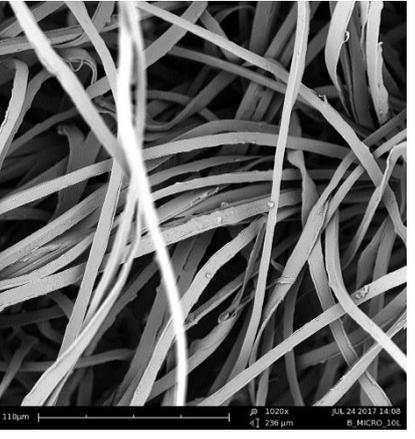
4.1.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS TEJIDOS LAVADOS

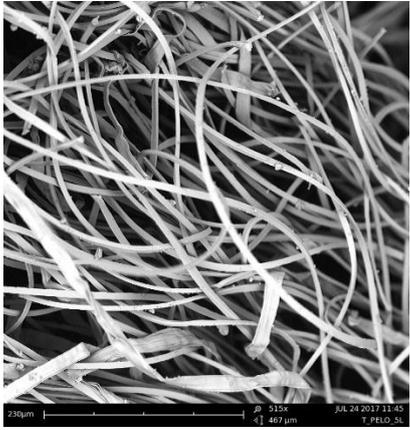
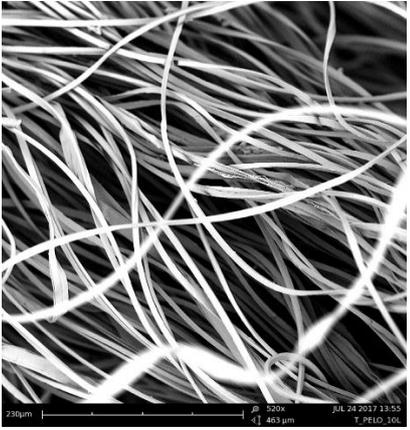
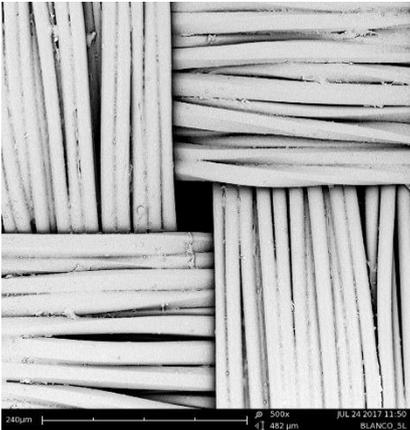
Las imágenes obtenidas en este apartado proporcionan información útil acerca de la situación y estado que experimentan las microcápsulas con el tejido tras pasar por los sucesivos lavados.

Se observa la condición del producto de tratamiento empleado al pasar del quinto al décimo lavado.

A continuación, se muestran las imágenes de los distintos tejidos proporcionadas por el SEM (Tabla 9).

MUESTRAS	5 LAVADOS	10 LAVADOS
<p data-bbox="225 248 373 338">Bayeta de Microfibra</p> 	Aumentos 500x	Aumentos 500x
		
	Aumentos 1000x	Aumentos 1000x
		
<p data-bbox="225 1487 400 1525">Tejido Polar</p> 	Aumentos 500x	Aumentos 500x
		

	Aumentos 1000x	Aumentos 1000x
	 <p>SEM image showing a network of fibers at 1000x magnification. The fibers are relatively thick and appear as a dense, interwoven mesh. A scale bar at the bottom indicates 120µm. Metadata: 990x, 245µm, JUL 24 2017 11:56, MARRON_SL.</p>	 <p>SEM image showing a network of fibers at 1000x magnification. The fibers are relatively thick and appear as a dense, interwoven mesh. A scale bar at the bottom indicates 110µm. Metadata: 1060x, 228µm, JUL 24 2017 14:17, MARRON_SL.</p>
<p>Toalla de Microfibra</p> 	Aumentos 500x	Aumentos 500x
	 <p>SEM image showing a network of fibers at 500x magnification. The fibers are thinner and more numerous than in the 1000x images. A scale bar at the bottom indicates 240µm. Metadata: 500x, 481µm, JUL 24 2017 11:36, T_MICRO_SL.</p>	 <p>SEM image showing a network of fibers at 500x magnification. The fibers are thinner and more numerous than in the 1000x images. A scale bar at the bottom indicates 240µm. Metadata: 495x, 486µm, JUL 24 2017 14:05, B_MICRO_SL.</p>
	Aumentos 1000x	Aumentos 1000x
	 <p>SEM image showing a network of fibers at 1000x magnification. The fibers are thinner and more numerous than in the 500x images. A scale bar at the bottom indicates 120µm. Metadata: 1000x, 241µm, JUL 24 2017 11:36, T_MICRO_SL.</p>	 <p>SEM image showing a network of fibers at 1000x magnification. The fibers are thinner and more numerous than in the 500x images. A scale bar at the bottom indicates 110µm. Metadata: 1020x, 236µm, JUL 24 2017 14:08, B_MICRO_SL.</p>

<p>Toalla de Microfibra (Rizo)</p> 	<p>Aumentos 500x</p> 	<p>Aumentos 500x</p> 
	<p>Aumentos 1000x</p> 	<p>Aumentos 1000x</p> 
<p>Tejido de Calada</p> 	<p>Aumentos 500x</p> 	<p>Aumentos 500x</p> 

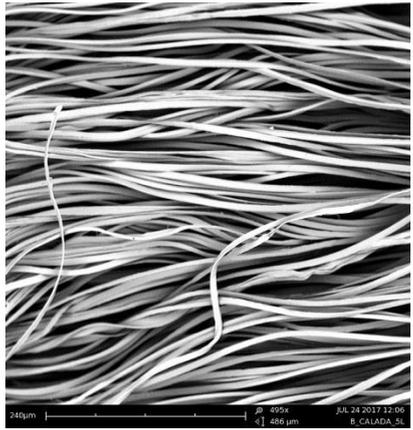
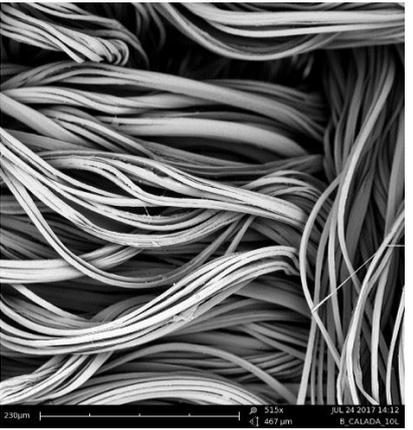
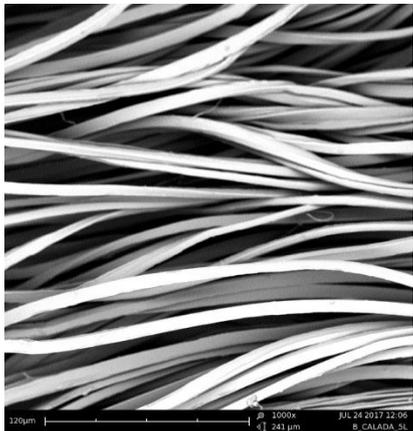
	Aumentos 1000x	Aumentos 1000x
		
<p>Bayeta de Calada</p> 	Aumentos 500x	Aumentos 500x
		
	Aumentos 1000x	Aumentos 1000x
		

Tabla 9.- Imágenes de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) después de los 5 y 10 ciclos de lavado y secado.

Tras el aumento de los lavados, se observa que se va perdiendo la forma esférica de las microcápsulas. Esto es causa de la rotura de la membrana y la liberación progresiva del principio activo de la fase interna. Por consiguiente, quedan vacías sin aportar función alguna al tejido.

Al mismo tiempo, el número de microcápsulas es cada vez menor. En el quinto lavado se aprecia en gran medida que su número ha disminuido considerablemente; quedando en el décimo lavado en una proporción muy baja en cuanto a la relación con la caracterización inicial.

De forma paralela, la resina experimenta un comportamiento de proporción similar, al ir desprendiéndose del tejido.

El tamaño de la microcápsula se ve influido a la hora de salir de la estructura de la fibra. Las microcápsulas más grandes son las que antes tienden a abandonar la zona de unión con la fibra y aquellas que no lo hacen, tienden a deteriorarse y perder su forma esférica; por el contrario, las de menor tamaño ofrecen más resistencia a perder su forma, teniendo un mejor anclaje con la fibra.

5. CONCLUSIONES

5.1 CONCLUSIONES

Gracias al empleo de metodología y tecnología instrumental aplicada a este proyecto se extraen una serie de conclusiones que se detallan a continuación:

- El gramaje, el tipo de vellosidad y la estructura o ligamento de los sustratos textiles, influyen en la capacidad del tejido absorber el tratamiento químico (microcápsulas).
- Los sistemas de impregnación no precisan de afinidad entre el producto químico y la fibra, procurando un excelente resultado de unión entre éstos. La resina acrílica empleada como ligante crea el nexo de unión entre éstos.
- La distribución de las microcápsulas sobre el tejido no se produce de forma homogénea, pudiéndose observar en las imágenes obtenidas por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).
- El número de ciclos de lavado al que se somete al tejido influye en la duración y permanencia de las microcápsulas sobre éste, disminuyendo de esta manera la cantidad de microcápsulas depositadas sobre la fibra.
- El tamaño de las microcápsulas también influye en su duración y permanencia cuando el tejido se somete a los ensayos de resistencia al lavado. El desprendimiento de las microcápsulas se produce antes en las de mayor tamaño.
- El aceite esencial de romero utilizado como fase interna de las microcápsulas proporciona un aroma característico fácil de identificar.

- El cálculo del Pick-up, el análisis organoléptico y la microscopía electrónica de Barrido proporcionan información útil sobre la cantidad teórica, la presencia y el estado de las microcápsulas.

6. REFERENCIAS

6.1 REFERENCIAS

- [1] J.R. Sánchez Martín. Los tejidos inteligentes y el desarrollo tecnológico de la industria textil. *Técnica Industrial*. Consejo General de Graduados en Ingeniería rama industrial e Ingenieros Técnicos Industriales de España (COGITI). TI 268. Abril 2007.
- [2] Durán, N., Marcato, P. D., De Souza, G. I., Alves, O. L., & Esposito, E. (2007). Antibacterial effect of silver nanoparticles produced by fungal process on textile fabrics and their effluent treatment. *Journal of biomedical nanotechnology*, 3(2), 203-208.
- [3] Staneva, D., Koutzarova, T., Vertruyen, B., Vasileva-Tonkova, E., & Grabchev, I. (2017). Synthesis, structural characterization and antibacterial activity of cotton fabric modified with a hydrogel containing barium hexaferrite nanoparticles. *Journal of Molecular Structure*, 1127, 74-80.
- [4] Attia, N. F., Moussa, M., Sheta, A. M., Taha, R., & Gamal, H. (2017). Effect of different nanoparticles based coating on the performance of textile properties. *Progress in Organic Coatings*, 104, 72-80.
- [5] Radetić, M. (2013). Functionalization of textile materials with TiO₂ nanoparticles. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 16, 62-76.
- [6] Radetić, M. (2013). Functionalization of textile materials with silver nanoparticles. *Journal of Materials Science*, 48(1), 95-107.
- [7] Cheng, S. Y., Yuen, M. C. W., Kan, C. W., Cheuk, K. K. L., Chui, C. H., & Lam, K. H. (2009). Cosmetic textiles with biological benefits: gelatin microcapsules containing vitamin C. *International journal of molecular medicine*, 24(4), 411-419.
- [8] Thilagavathi, G., & Bala, S. K. (2007). Microencapsulation of herbal extracts for microbial resistance in healthcare textiles.
- [9] Giraud, S., Bourbigot, S., Rochery, M., Vroman, I., Tighzert, L., Delobel, R., & Poutch, F. (2005). Flame retarded polyurea with microencapsulated ammonium phosphate for textile coating. *Polymer degradation and stability*, 88(1), 106-113.
- [10] Sarier, N., & Onder, E. (2012). Organic phase change materials and their textile applications: an overview. *Thermochimica Acta*, 540, 7-60
- [11] Sharkawy, A., Fernandes, I. P., Barreiro, M. F., Rodrigues, A. E., & Shoeib, T. (2017). Aroma-Loaded Microcapsules with Antibacterial Activity for Eco-Friendly Textile Application: Synthesis, Characterization,

- Release, and Green Grafting. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 56(19), 5516-5526.
- [12] Silva, M., Martins, I. M., Barreiro, M. F., Dias, M. M., & Rodrigues, A. E. (2017). Functionalized textiles with PUU/limonene microcapsules: effect of finishing methods on fragrance release. *The Journal of The Textile Institute*, 108(3), 361-367.
- [13] Aracil, M. Á. B., Bou-Belda, E., Monllor, P., & Gisbert, J. (2016). Binder effectiveness of microcapsules applied onto cotton fabrics during laundry. *The Journal of The Textile Institute*, 107(3), 300-306.
- [14] Xu, M., Liu, M., Sun, M., Chen, K., Cao, X., & Hu, Y. (2016). Magnetic solid-phase extraction of phthalate esters (PAEs) in apparel textile by core-shell structured Fe₃O₄@silica@triblock-copolymer magnetic microspheres. *Talanta*, 150, 125-134.
- [15] Goetzendorf-Grabowska, B., Królikowska, H., & Gadzinowski, M. (2004). Polymer microspheres as carriers of antibacterial properties of textiles: a preliminary study. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 12(4), 62-4.
- [16] Martí, M., Martínez, V., Carreras, N., Alonso, C., Lis, M. J., Parra, J. L., & Coderch, L. (2014). Textiles with gallic acid microspheres: in vitro release characteristics. *Journal of microencapsulation*, 31(6), 535-541.
- [17] Barani, H., & Montazer, M. (2008). A review on applications of liposomes in textile processing. *Journal of liposome research*, 18(3), 249-262.
- [18] Sheveleva, I. A., Belokurova, O. A., Shcheglova, T. L., & Mel'nikov, B. N. (2003). Polyfunctional properties of liposomes in preparation of textile materials. *Fibre Chemistry*, 35(1), 48-52.
- [19] Martí, M., Martínez, V., Rubio, L., Coderch, L., & Parra, J. L. (2011). Biofunctional textiles prepared with liposomes: in vivo and in vitro assessment. *Journal of microencapsulation*, 28(8), 799-806.
- [20] L. Capablanca, Evaluación de las variables que intervienen en el proceso de aplicación de microcápsulas a estructuras textiles, Tesis Doctoral Ed. Universitat Politècnica de València (2013).
- [21] M. Bonet-Aracil, E. Bou-Belda, J. Gisbert, P. Díaz-garcía, I. Montava. Sistemas de atrapamiento de principios activos. *Sistemas Abiertos* (2016) *Revista de Química e industria textil*, 217, 36-39.
- [22] M. Bonet-Aracil, E. Bou-Belda, J. Gisbert, P. Díaz-garcía, I. Montava. Sistemas de atrapamiento de principios activos. *Sistemas Cerrados* (2016) *Revista de Química e industria textil*, 218, 36-39.
- [23] Gordon Nelson. Application of microencapsulation in textiles. *Journal of pharmaceuticals*. Elsevier. 21 August 2002.