



2017 INESCOPI

INFORME RESULTADO

PROYECTO:

INORCAP II
MICROCÁPSULAS FUNCIONALES
DE ELEVADA RESISTENCIA
MECÁNICA Y TÉRMICA

INESCOP trabaja en el proyecto “Síntesis de microcápsulas multifuncionales de elevada resistencia mecánica y térmica para diferentes aplicaciones (IMDEEA/2017/4)” con el apoyo del Instituto Valenciano de Competitividad Empresarial (IVACE) y del Fondo Europeo de Desarrollo Regional. El proyecto es bianual y en la presente ficha se muestra un resumen de los principales resultados obtenidos en la segunda anualidad (2017).

Microencapsulación: Una tecnología innovadora

La microencapsulación es una tecnología innovadora que ha ido ganando terreno en los últimos años debido a las múltiples ventajas que presenta, ya que permite desarrollar productos innovadores saludables y adaptados al entorno y al usuario final, con nuevas prestaciones y funcionalidades basadas en la incorporación de nuevos materiales avanzados. Se trata de una tecnología utilizada fundamentalmente con fines de protección y cuando se requiere de la liberación controlada de una sustancia en tiempo y lugar.

Concretamente en la industria del calzado, la tecnología de microencapsulación permite transformar los materiales convencionales en materiales inteligentes y/o multifuncionales con nuevas prestaciones y, por tanto, alto valor añadido, dotando al calzado de nuevas funcionalidades que contribuyan al confort y bienestar del usuario.

En este marco, el desarrollo de materiales repelentes de insectos de uso en la fabricación de indumentaria y calzado surge de una necesidad de la sociedad actual, ya que determinados insectos como los mosquitos son vectores de múltiples virus, convirtiéndose en uno de los mayores portadores de enfermedades infecciosas para los seres humanos, tales como la malaria, el dengue, la fiebre amarilla y, más recientemente, el virus Zika.

A nivel industrial y doméstico existe un elevado número de sustancias con actividad repelente de insectos, muchas de ellas de origen natural. Sin embargo, la mayoría de estos compuestos y extractos naturales son termolábiles, es decir, se degradan o volatilizan por acción del calor, mermando así su actividad, por lo que no son compatibles con determinados procesos de fabricación, concretamente, los de calzado y sus componentes.

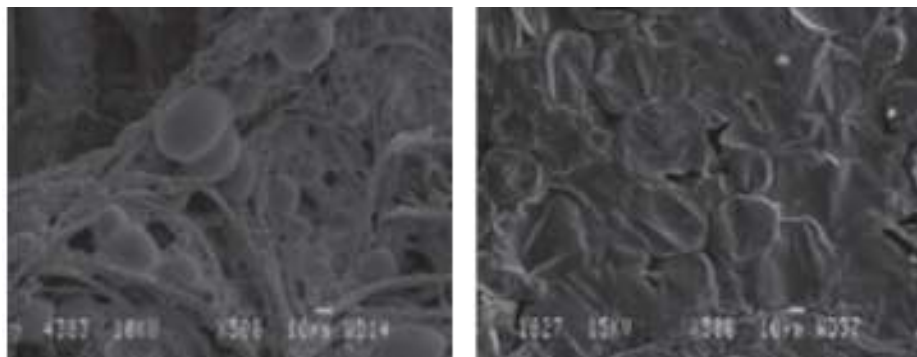


Figura 1: Microcápsulas de aroma incorporadas en una piel, antes y después del proceso de fabricación del calzado

En este sentido, la microencapsulación de dichas sustancias permite evitar su volatilización durante los procesos industriales realizados a elevada temperatura.

No obstante, los sistemas convencionales de microencapsulación, generalmente materiales de cubierta de naturaleza polimérica, presentan limitada resistencia mecánica que, en procesos realizados a elevada presión o sollicitaciones mecánicas, pueden conllevar una rotura prematura de las microcápsulas, y la consecuente degradación del principio activo liberado, disminuyendo así la efectividad del producto.

Por ello, el objetivo del proyecto **INORCAP II** ha sido el desarrollo de de microcápsulas multifuncionales, basadas en la combinación sinérgica de propiedades de los materiales de núcleo y cubierta, que

resistan las condiciones de fabricación más exigentes y permitan la obtención de materiales multifuncionales en los que la liberación del activo se lleve a cabo en el momento deseado y de forma localizada.



Figura 2: Microcápsulas multifuncionales

Métodos de microencapsulación

Dependiendo del material de cubierta se seleccionan diferentes procedimientos de microencapsulación, los cuales se incluyen en la Tabla 1.

La selección del procedimiento de microencapsulación debe realizarse en función de las necesidades de la aplicación considerada, ya que determinará la viabilidad técnico-económica del proceso y el éxito de su implantación.

TÉCNICA MICROENCAPSULACIÓN	MATERIAL DE CUBIERTA
Sol-gel	SiO ₂ , TiO ₂ , ZnO
Precipitación	CaCO ₃ , ZnO
Polimerización <i>in situ</i>	Resinas Melamina (MF)
Spray drying	SiO ₂

Tabla 1: Materiales de cubierta y métodos seleccionados para la formación de microcápsulas multifuncionales

Tras la optimización de los diferentes procedimientos en el laboratorio, el escalado de los procedimientos de síntesis de microcápsulas optimizados

se ha realizado en la planta piloto disponible en las instalaciones de INESCOP.

Selección de materiales de núcleo y cubierta

Principios activos. Sustancias naturales aromáticas con capacidad antimicrobiana y/o repelentes de insectos (Tabla 2).

PRINCIPIOS ACTIVOS	ACTIVIDAD ANTIMICROBIANA	REPELENTE DE INSECTOS
Árbol de té	√	
Eucalipto	√	√
Citronela	√	√
Albahaca	√	
Limoneno	√	
Tomillo	√	
Clavo	√	√
Ciprés	√	
Orégano	√	
Canela		√
Geranio	√	√

Tabla 2: Sustancias naturales con propiedades antimicrobianas y repelentes de insectos

Material de cubierta. Se han seleccionado fundamentalmente **sustancias inorgánicas** diversas (sílice, óxidos metálicos, carbonato de calcio, etc) que por sus propiedades intrínsecas presentan

elevada resistencia mecánica y/o térmica, por lo que se dotará a las microcápsulas de biocompatibilidad, seguridad y sostenibilidad.

Además se ha contemplado el uso de **cubiertas poliméricas** basadas en polímeros de elevada resistencia térmica, de manera que puedan

disminuir la velocidad de transferencia de calor para reducir por efecto cinético la degradación térmica del núcleo.

Caracterización de microcápsulas

Las microcápsulas obtenidas han sido caracterizadas mediante diferentes técnicas experimentales:

- Microscopía electrónica de barrido (SEM) y de transmisión (TEM).
- Análisis de distribución de tamaños de partícula.
- Análisis térmico (DSC y TGA).
- Análisis mediante espectroscopia infrarroja (FTIR).
- Análisis de propiedades antimicrobianas.

Morfología y tamaño. En general, las microcápsulas sintetizadas a partir de diferentes materiales de cubierta presentan una morfología **esférica** (Figura 3). Dependiendo de la naturaleza del material de cubierta, las microcápsulas son mononucleares o polinucleares (Figura 4), como es el caso de la sílice o el carbonato de calzado, los tamaños de partícula varían entre 5 nm en el caso del óxido de cinc o varias micras en el caso del carbonato de calcio. El procedimiento de microencapsulación utilizado determina en gran medida la distribución de tamaños y la morfología de las microcápsulas.

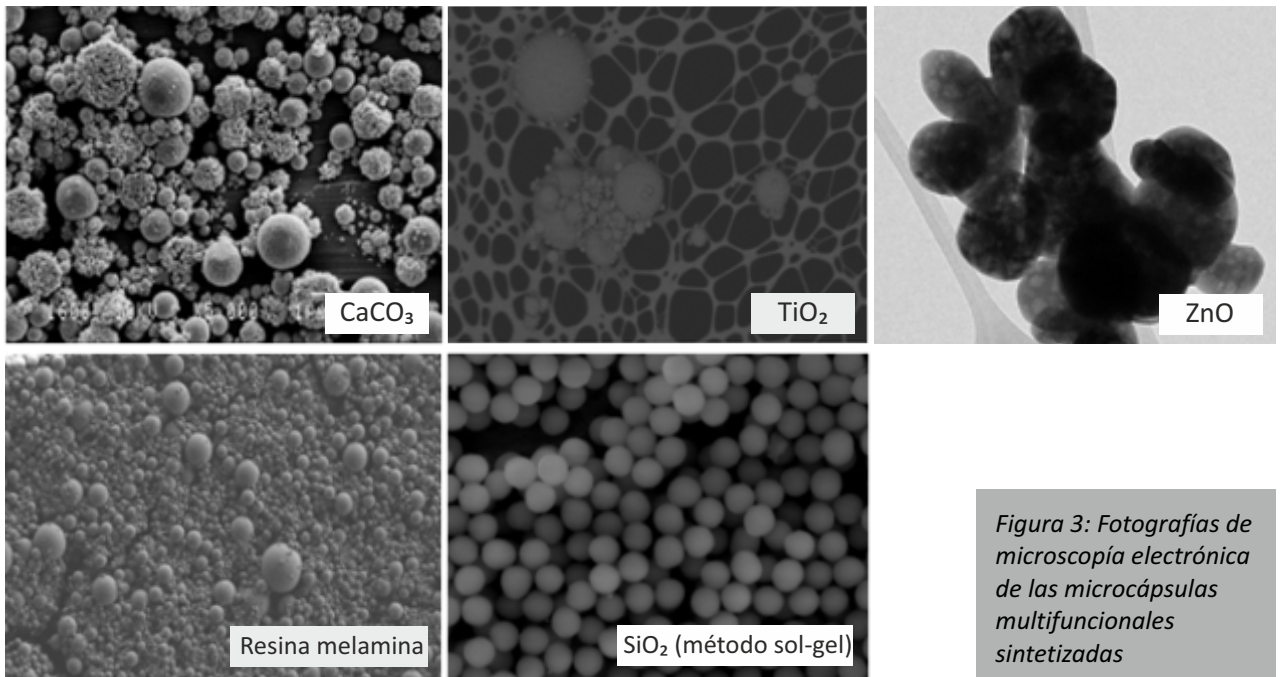


Figura 3: Fotografías de microscopía electrónica de las microcápsulas multifuncionales sintetizadas



Figura 4: Diferentes morfologías de las microcápsulas sintetizadas

Resistencia térmica. Está determinada en gran medida por el material de cubierta seleccionado (Figura 5). Aunque en general la microencapsulación aumenta considerablemente la temperatura de degradación térmica del material de núcleo, en algunos casos, esta temperatura puede ser inferior. Por tanto, el material de cubierta debe ser seleccionado en función de los requisitos de la aplicación considerada.

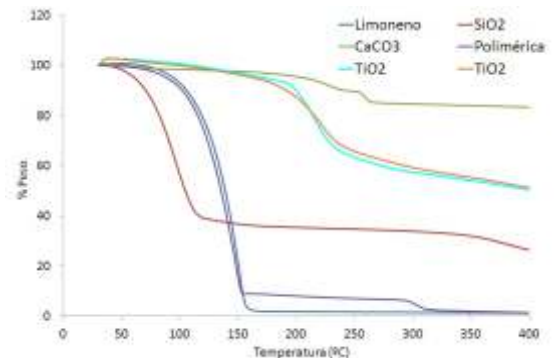


Figura 5: Termogramas de las microcápsulas de limoneno sintetizadas con diferentes materiales

Capacidad antimicrobiana. Se han determinado las propiedades antimicrobianas de las formula-

ciones sintetizadas frente a bacterias Gram (+) y Gram (-) tras 18-24 h de crecimiento a 37°C.

Perfil de liberación. El perfil de liberación de las microcápsulas sintetizadas determina notablemente su efectividad para la aplicación considerada, siendo en gran medida determinado por el material de cubierta y las condiciones de síntesis utilizadas. La cinética de liberación se ha evaluado en una disolución de sudor artificial (ISO 11641:2012) a 37°C. La concentración de principio activo liberado en función del tiempo se analiza mediante GC/MS (Figura 6).

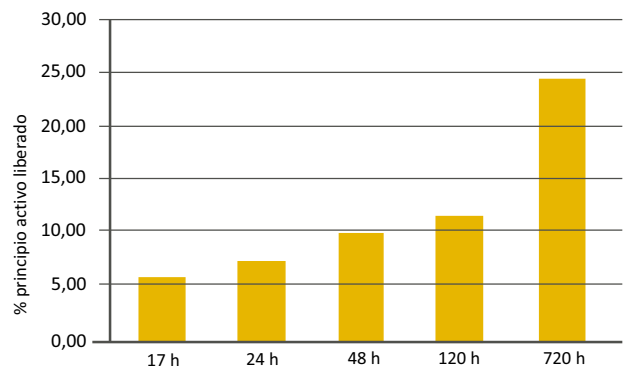


Figura 6: Cinética de liberación del principio activo en sudor artificial

Eficiencia de la encapsulación. Para cada uno de los sistemas de microencapsulación estudiados, ha sido necesario la puesta a punto de un método que permita evaluar la eficiencia de encapsulación, la cual indica el contenido de principio activo encapsulado (%). Se ha utilizado la cromatografía

gases – masas (GC-MS) para realizar dichas determinaciones, siendo necesario optimizar en cada caso el método de extracción del principio activo. En general, las microcápsulas de tipo mononuclear presentan las mayores eficiencias de encapsulación, siendo superiores al 70%.

Desarrollo de materiales funcionales

Se ha evaluado la viabilidad de la incorporación de los diferentes sistemas microencapsulados mediante su incorporación en diferentes materiales y mediante diferentes métodos (Figura 7):

Piel: Incorporación como recubrimiento mediante pistola y sistema roller

Polímeros termoplásticos: mezclado en fundido

Materiales espumados: mezclado con uno de los componentes de la formulación

La implementación de los resultados obtenidos en el marco del proyecto **INORCAP II** contribuirá al desarrollo de productos innovadores con propiedades mejoradas y adaptadas a las necesidades de la industria del calzado, permitiendo mejorar la competitividad de las empresas de estos sectores frente a terceros. Adicionalmente, los resultados obtenidos pueden ser fácilmente extrapolables a otros sectores industriales con la misma problemática, como el sector del plástico y sus numerosas aplicaciones.

INESCOP acompaña a las empresas en su camino a la innovación colaborando en el desarrollo de nuevos materiales y funcionalidades para el calzado. En relación a este proyecto, ofrece la posibilidad a las empresas del sector calzado y conexas, de evaluar la viabilidad de los productos obtenidos en el marco

del proyecto **INORCAP II** mediante la solicitud de muestras.



Figura 7: Pieles que incorporan microcápsulas mediante acabado con sistema roller

DATOS DEL PROYECTO

TÍTULO: SÍNTESIS DE MICROCÁPSULAS MULTIFUNCIONALES DE ELEVADA RESISTENCIA MECÁNICA Y TÉRMICA PARA DIFERENTES APLICACIONES

ACRÓNIMO: INORCAP II

PROGRAMA: PROYECTOS DE I+D EN COOPERACIÓN CON EMPRESAS 2017

PERIODO EJECUCIÓN: ENERO 2017 - DICIEMBRE 2017

FINANCIACIÓN:

Convocatoria de ayudas del Instituto Valenciano de Competitividad Empresarial (IVACE) dirigida a centros tecnológicos de la Comunitat Valenciana para proyectos de I+D de carácter no económico realizados en cooperación con empresas para el ejercicio 2017. Proyecto apoyado por el IVACE (Generalitat Valenciana) y cofinanciado en un 50% por la Unión Europea a través del Fondo Europeo de Desarrollo Regional (FEDER), dentro del Programa Operativo FEDER de la Comunitat Valenciana 2014-2020, con número de expediente IMDEEA/2017/4.

Desarrolla:



Financia:



Una manera de hacer Europa