

Obtención de textiles funcionales mediante técnicas de microencapsulación

Miro Specos, M.M.⁽ⁱ⁾; Puggia C.⁽ⁱⁱ⁾; Hermida, L.⁽ⁱⁱ⁾; Marino P.⁽ⁱ⁾; Escobar G.⁽ⁱ⁾; Zunino, C.⁽ⁱ⁾; Defain Tesoriero, M.V.⁽ⁱⁱ⁾

⁽ⁱ⁾INTI-Textiles

⁽ⁱⁱ⁾INTI-Química

Introducción

Los textiles funcionales son textiles modificados por la presencia de una sustancia o producto químico. La microencapsulación es un método eficiente para proteger estos agentes funcionales de factores como la humedad, la luz y/o el oxígeno y, especialmente, para aumentar la estabilidad de materiales susceptibles como los aceites esenciales ⁽¹⁾.

El acabado funcional con la tecnología de la microencapsulación fue logrado mediante la fijación de diferentes microcápsulas funcionales en textiles. Las microcápsulas pueden contener diferentes sustancias o productos químicos, incluyendo colorantes, enzimas, suavizantes, fragancias, aceites esenciales, retardantes de llama, repelentes de insectos, agentes antimicrobianos y desodorantes. Si un tejido es acabado con agentes funcionales microencapsulados, se podrá esperar una mayor durabilidad de la funcionalidad del mismo.

El objetivo de este trabajo, fue estudiar dos técnicas de microencapsulación de aceites esenciales: 1) coacervación compleja y 2) microencapsulación en levaduras, con el fin de aumentar la durabilidad de los aromas en los textiles. En el primer caso se estudió la relación aceite/polímero y se optimizaron las condiciones de endurecimiento de las microcápsulas. En el segundo caso se evaluó la influencia de la inactivación de las levaduras previa a la encapsulación, la relación aceite / levadura y la temperatura y tiempo de incubación en la incorporación del aceite esencial.

Por último, se aplicaron las microcápsulas en textiles por impregnación para estudiar su performance. Se evaluó la aplicación de un acabado aromático en tejidos de algodón y su solidez a los lavados domésticos ⁽²⁾ por microscopía electrónica de barrido (M.E.B.), microscopía electrónica de barrido ambiental

(MEBA), evaluación sensorial y mediante el uso de una nariz electrónica.

Metodología / Descripción Experimental

Coacervación compleja: Goma Arábica (Ernesto Van Rossum); Gelatina alimentaria 200 AH 40 (Rousselot), aceite esencial de limón (Fornasari); glutaraldehído (Fluka)

Levaduras: Levadura prensada comercial (Calsa); Levadura en polvo comercial (Calsa); aceite esencial de limón (Fornasari)

Aplicación textil: Tejidos planos de algodón 100%; Ligantes acrílicos y poliuretánico; Melamina-formaldehído; Isocianato.

Microencapsulación por coacervación compleja: Se prepararon soluciones de concentraciones al 7,5% de goma arábica y de gelatina tipo A y se ajustó el pH entre 4 y 5. Se mezclaron la solución de gelatina con la solución de goma a 40° C. Se agregó lentamente el aceite esencial de limón emulsionando la mezcla con un homogeneizador (Heidolph 900X). Se enfrió la emulsión obtenida bajo agitación a temperatura ambiente y luego se llevó a un baño de aprox. 10°C. Se ajustó el pH entre 8 y 9 y se agregaron 0,625 ml, 1,25 ml, 2,5 ml y 3,75 ml de glutaraldehído, como agente de endurecimiento. Se dejó agitando a 10°C 1 hora y luego a temperatura ambiente *overnight* ^{[3][4][5][6][7][8]}.

Microencapsulación en Levaduras: Se prepararon soluciones de levaduras y se realizó la inactivación térmica de las mismas a 90°C durante 3 hs. Se agregó lentamente el aceite esencial de limón en relaciones aceite/levadura 4,4:1; 1,3:1; 1:1; 1:1,25 y 1:1,15 agitando la mezcla. La suspensión de microcápsulas fue luego centrifugada y lavada. ^{[9] [10]}

Tamaño, morfología y estabilidad física de las microcápsulas:

El tamaño y la morfología de las microcápsulas en suspensión, así como la estabilidad física de la suspensión en el tiempo, evaluada por la formación de aglomerados, fueron

determinados por microscopía óptica (M.O.).

Porcentaje de encapsulación de aceite en levaduras: El porcentaje de encapsulación en las microcápsulas de levaduras (M.L.) se obtuvo por medio de Cromatografía Gaseosa (C.G.) utilizando un equipo asociado a un detector FID.

Aplicación de las microcápsulas sobre el textil: Se impregnaron tejidos planos de algodón con las suspensiones de M.G.G. y de M.L. con y sin el agregado de diferentes productos auxiliares para la fijación de las microcápsulas en el textil. Para la impregnación se utilizó un foulard a escala laboratorio. El secado se realizó en rama a escala laboratorio y se optimizó el tiempo y la temperatura del mismo.

Lavados: Los tejidos con microcápsulas aplicadas fueron lavados en equipo normalizado para el ensayo de solidez al lavado. ⁽⁴⁾ Las muestras se enjuagaron con abundante agua y se dejaron secar al aire.

Evaluación de la aplicación textil y de la solidez al lavado:

Evaluación sensorial: Se evaluó la permanencia del aroma en el textil luego de la aplicación y de los lavados, mediante el frote. Se designó con (+) o (-) la presencia o ausencia del aroma, respectivamente. Se evaluó también su aspecto.

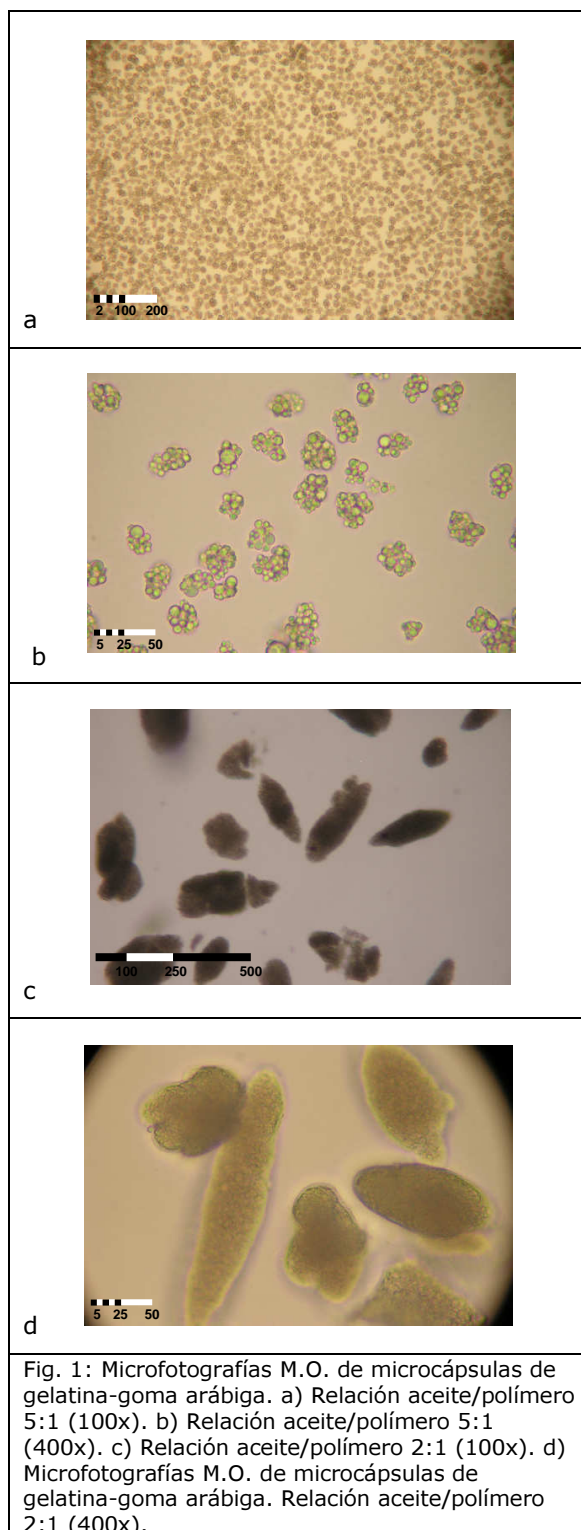
Monitoreo de la liberación de aromas mediante el uso de la nariz electrónica: Para comparar la liberación de fragancias luego de sucesivos lavados se utilizó la metodología de Nariz Electrónica ADQnose, empleando un dispositivo desarrollado en el grupo del Dr. Martín Negri en la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales de la Universidad de Buenos Aires.

Evaluación microscópica: Para verificar la existencia de microcápsulas sobre el tejido se empleó M.E.B. Y M.E.B.A.. Se observó además el tamaño y la morfología de las microcápsulas aplicadas.

Resultados

Microencapsulación por Coacervación Compleja

Tamaño y morfología de las M.G.G.: Se observó por M.O. que a menor relación aceite/polímero (A/P), mayor fue el tamaño de las M.G.G. La morfología de las mismas también varía. (Fig. 1)



Estabilidad física de las M.G.G. en suspensión:

Se observó que al llevar a cabo el endurecimiento de las microcápsulas con glutaraldehído como agente reticulante a pH ácido, hubo formación de aglomeraciones a las 48hs de preparada la suspensión (Fig. 2). Cuando el agregado del mismo se realizó a pH 10, aumentó la viscosidad de la suspensión hasta la gelificación. Las muestras con mayor

estabilidad física fueron aquellas endurecidas a pH levemente alcalino (Fig. 1)

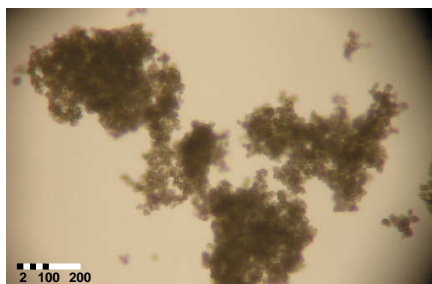


Fig. 2: Microfotografía M.O. de microcápsulas de gelatina-goma arábica con aceite de limón encapsulado endurecidas con glutaraldehído a pH ácido. (100x)

Microencapsulación en levaduras

Tamaño de las M.L. y estabilidad física en suspensión: El tamaño de M.L., estimado por M.O., varía entre 4 y 7 μ . Las suspensiones se mantuvieron físicamente estables en el tiempo, sin formación de aglomerados (Fig. 3).

Porcentaje de encapsulación: Los porcentajes de encapsulación de las M.L. obtenidos se encontraron entre el 21 y el 27%, siendo éstos menores a los reportados ⁽¹²⁾. Al variar la relación aceite/levadura y la temperatura y tiempo de incubación no se observaron diferencias significativas en los porcentajes de encapsulación. Tampoco influyó la inactivación térmica de las levaduras.

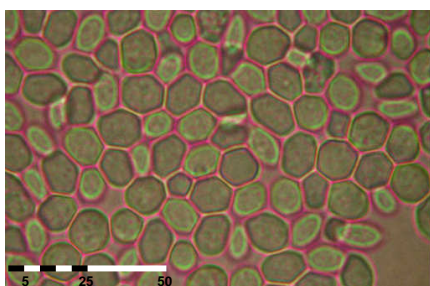


Fig. 3: Microfotografía M.O. de microcápsulas de levaduras con aceite esencial de limón encapsulado. (1000x)

Aplicación de las microcápsulas sobre el textil

M.G.G. aplicadas por Impregnación

Aplicación: Luego de ser impregnados los tejidos, pudo sentirse el olor característico del aceite esencial encapsulado, intensificándose

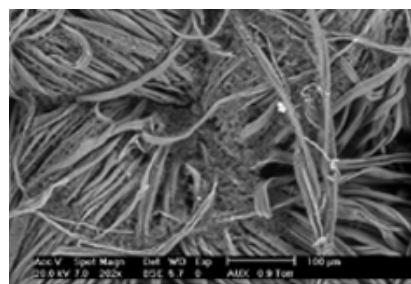
éste al frotar la tela. El aroma resultó más intenso en el caso en que la aplicación se hizo con M.G.G. con relación A/P 2:1, sin embargo los tejidos resultaron manchados en este caso por la baja homogeneidad de la aplicación. Una forma de solucionar este inconveniente fue impregnando por segunda vez los tejidos.

Cuando se utilizaron ligantes para la aplicación la intensidad del aroma disminuyó notablemente, siendo casi imperceptible en los tejidos aplicados con M.G.G. con relación A/P 5:1, incluso luego del frote de los mismos.

Se evaluó la influencia en la aplicación de la concentración del gluutaraldehído utilizado para el endurecimiento de las M.G.G. Se observó que a relaciones G/P mayores a 0,2:1 el olor del reticulante interfería en el aroma del aceite esencial.

Los textiles acabados con M.G.G. fueron observados por M.E.B. y por M.E.B.A. Los únicos casos en donde las M.G.G. se encontraron en las fibras fueron en aquellos tejidos con aplicación de M.G.G. endurecidas a pH levemente alcalino con relación G/P mayor a 0.05:1 y sin el agregado de ligantes (Fig. 4).

a



b

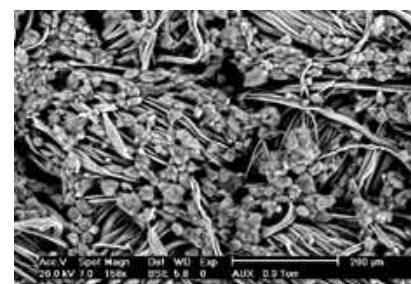


Fig. 4: Microfotografías M.E.B.A. de tejidos impregnados con microcápsulas de gelatina-goma arábica con aceite esencial de limón encapsulado endurecidas a pH levemente alcalino con relación glutaraldehído/polímero 0.05:1. a) Relación aceite/polímero 5:1 (200x). b) Relación aceite/polímero 2:1 (160x)

Lavados: Luego de ser lavados una vez, el aroma en los tejidos persistió aunque en menor intensidad. Las microcápsulas podían observarse aún sobre las fibras. (Fig. 5) Sólo en los casos en que la impregnación se realizó con M.G.G. endurecidas con glutaraldehído con relación G/P menor a 0.05:1 los tejidos perdieron todo su aroma luego del lavado.

Formulación	Temperatura y tiempo de secado	Permanencia del aroma luego del lavado
M.G.G.	100° C - 3'	++
M.G.G. + isocianato	100° C - 3'	++
M.G.G.+melamina-formaldehído	100° C - 3'	++
M.G.G. + ligantes	100° C - 3' + 130° C - 35"	-
M.G.G.+ ligantes + isocianato	100° C - 3' + 130° C - 35"	-
M.G.G.+ligantes+melamina-formaldehído	100° C - 3' + 130° C - 35"	-

Tabla 1: Ejemplos de aplicación con microcápsulas de gelatina-goma arábica con relación aceite/polímero 2:1, endurecidas a pH levemente alcalino con relación glutaraldehído/polímero 0.05:1

Se evaluó el uso de ligantes y de productos auxiliares como isocianato y melamina-formaldehído para aumentar la solidez al lavado de las microcápsulas. Ésta última no pudo mejorarse en ningún caso con el uso de los productos antes mencionados (Tabla 1)

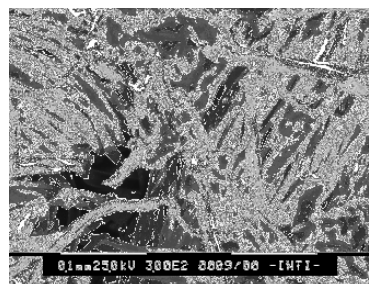
M.L. aplicadas por Impregnación

Aplicación: Para impregnar los tejidos con M.L., se prepararon formulaciones con las distintas suspensiones de M.L. y ligantes acrílicos en diferentes proporciones. En todos los casos, sólo al frotar se sintió levemente el aroma característico del aceite, registrándose además una interferencia del olor de las levaduras. En la microfotografía M.E.B. (Fig. 6) se observan las M.L. entre y sobre las fibras de algodón.

Lavados: Todos los tejidos perdieron su aroma luego del primer lavado. Sin embargo, las microfotografías M.E.B. de estos tejidos

muestran que las M.L. permanecen sobre las fibras (Fig. 6).

a



b

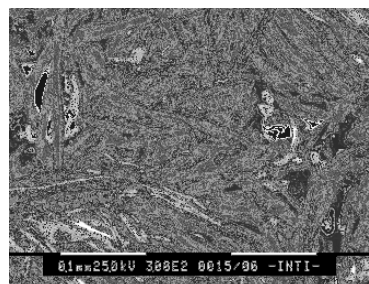


Fig. 5: Microfotografías M.E.B. de tejidos impregnados con microcápsulas de gelatina-goma arábica endurecidas a pH levemente alcalino con relación glutaraldehído/polímero 0.1:1. a) Relación aceite/polímero 2:1 tejido lavado (300x) c) Relación aceite/polímero 5:1 tejido lavado (300x)

La baja intensidad del aroma en los tejidos aplicados con M.L. y su pérdida luego del lavado podría deberse al bajo porcentaje de encapsulación obtenido y/o a la elevada permeabilidad de la pared de las M.L. **Evaluación con Nariz Electrónica:** al comparar la muestra original y la muestra después de frotada se observa que los patrones de olor son similares, aumentando a más del doble la intensidad del olor en el segundo caso (Fig. 7). El lavado de las muestras modifica sensiblemente el patrón del aroma de las muestras originales (Fig. 8). Luego del segundo lavado la intensidad disminuye aún más (Fig. 9).

Conclusiones

En base al estudio realizado se puede concluir que las M.G.G. aplicadas en textiles aumentan la durabilidad de los aromas en los mismos. Las M.G.G. con relación A/P 5:1 presentaron mayor homogeneidad en suspensión aunque menor intensidad de aroma que las M.G.G. con relación A/P 2:1. En las aplicaciones por impregnación el uso de productos auxiliares

afecta negativamente la performance de las M.G.G.

a



b



Fig. 6: Microfotografía M.E.B. de un tejido impregnado con microcápsulas de levadura con aceite esencial de limón encapsulado. (500x) a) Sin lavar. b) Luego de un lavado.

La nariz electrónica provee un método objetivo adecuado para el monitoreo de la liberación de aroma de las microcápsulas, tanto por su sensibilidad como por la reproducibilidad de los resultados

En cuanto al proceso de microencapsulación por coacervación, habría que destacar la importancia de un estricto control de todas las variables del proceso para obtener reproducibilidad en las características del producto final.

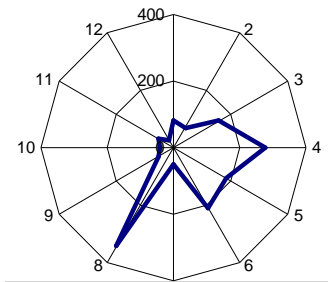
Dado que las M.G.G. no tuvieron la solidez a los lavados esperada deberán continuarse los estudios para optimizar la aplicación de las micropartículas al tejido.

Los tejidos impregnados con M.L. mostraron una baja intensidad del aroma del aceite esencial, percibiéndose además una interferencia del olor de las levaduras. Esto podría deberse al bajo porcentaje de encapsulación obtenido y/o a la elevada permeabilidad de la pared de las M.L. Debido a que las M.L. aplicadas pueden observarse en el textil luego de los lavados, se debe optimizar el proceso de microencapsulación para lograr un mayor porcentaje de aceite encapsulado.

Cabe destacar la importancia de continuar los estudios con estos tipos de microcápsulas por el

bajo impacto ambiental que producen dada sus propiedades biodegradables y baja toxicidad.

a



b

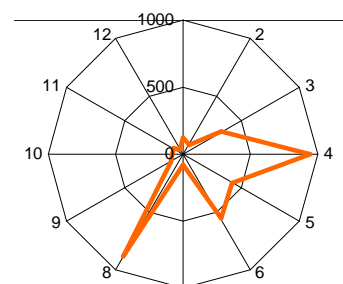


Fig. 7: a) Tejido original sin frote (escala 400) B) Tejido original con frote (escala 1000)

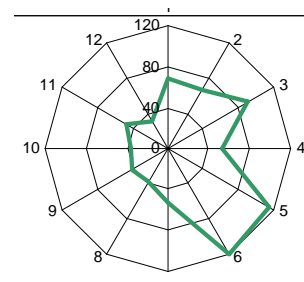


Fig. 8: Tejido con un lavado, con frote

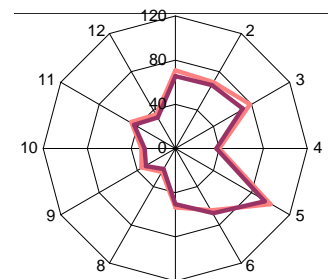


Fig. 9: Tejido con dos lavados sucesivos, con frote. Muestra y duplicado.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a Emilse Demczuk y Alberto Caldora por sus valiosas sugerencias para optimizar el método de aplicación, a Leandro Rojas y Luciano Dutrey de INTI-Mecánica por las observaciones de las muestras por M.E.B., y a la empresa Fornasari por proveer gentilmente el aceite esencial de limón para la realización de los ensayos.

Referencias

- (1) Hong K., Park S., Melamine resine microcapsules containing fragrant oil:synthesis and characterization. Mat. Chem. Phys.(1999) 58:128-131
- (2) Solidez al lavado doméstico y comercial, norma IRAM-AAQCT B 13550:1994 ISO 105-C06: (1994).
- (3) Ullmann´s encyclopedia of industrial chemistry. 5.ed.rev. Weinheim. DE. VCH Verlagsgesellschaft (1985-1996) A16:575-588
- (4) Kirk R.E., Othmer D.F., Encyclopedia of chemical technology. 3.ed., New York, US, Wiley. (1984) 15:470-493
- (5) Gutcho M.H., Microcapsules and other capsules,Noyes Data Corp., Park Ridge, New Jersey, (1979) 3-23.
- (6) Gutcho M.H., Microcapsules and Microencapsulation Techniques,Noyes Data Corp., Park Ridge, New Jersey, (1976) 3-65.
- (7) G. Enriquez de Grassi, C. Cristallini. Microencapsulación. SAFYBI (1980) 20 :1482-1489
- (8) G. Enriquez de Grassi, C. Cristallini. Microencapsulación.II Parte. SAFYBI (1981) 21:1587-1590
- (9) Bishop J.R., Nelson G., Lamb, J., Microencapsulation in yeast cells. J. Microencapsulation, (1998) 15(6):761-773.
- (10) Pannell, Nahida A., Encapsulation of material in microbial cells. USPatent 5.288.632. (1994)

Para mayor información contactarse con:
María Miró – mmiro@inti.gov.ar