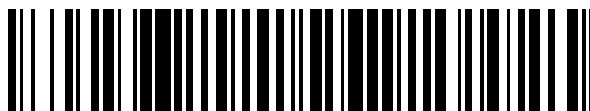


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 429 168**

51 Int. Cl.:

C08K 3/00 (2006.01)
C08K 3/22 (2006.01)
C08K 3/34 (2006.01)
C08K 3/36 (2006.01)
C08K 9/10 (2006.01)
C08K 9/12 (2006.01)
C11D 3/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.11.2006 E 06380293 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.07.2013 EP 1923423**

54 Título: **Proceso para la aditivación de fibras sintéticas, fibras artificiales y polímeros con propiedades especiales**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.11.2013

73 Titular/es:

**SOCIEDAD ANÓNIMA MINERA CATALANO-ARAGONESA (100.0%)
PASEO INDEPENDENCIA, 21 - TERCERO
50001 ZARAGOZA, ES**

72 Inventor/es:

**CABALLERO LÓPEZ, MIGUEL ÁNGEL;
ZAGALAZ LASIERRA, PATRICIA;
SEGURA GUAJARDO, SERGIO JOSÉ;
PIERA CAMAS, MARÍA ELENA;
PÉREZ GARCÍA, EDUARDO;
TÉLLEZ ARISO, CARLOS;
CORONAS CERESUELA, JOAQUÍN y
SANTAMARÍA RAMIRO, JESÚS**

74 Agente/Representante:

AZAGRA SAEZ, María Pilar

ES 2 429 168 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para la aditivación de fibras sintéticas, fibras artificiales y polímeros con propiedades especiales.

5 Esta invención hace referencia al proceso para la aditivación de fibras sintéticas, fibras artificiales y polímeros con propiedades especiales mediante la encapsulación de aditivos que confieren las propiedades especiales deseadas (aromáticas, de humedad, anticelulíticas, reafirmantes, antiarrugas, nutritivas, retardantes, desodorantes, calmantes, vasoconstrictoras, suavizantes, relajantes, refrescantes, antimanchas, antiolor, antiácidos, antimosquitos, antioxidantes, antienviejecimiento, antiinflamatorias, cicatrizantes, antibióticas, autobronceadoras, protectoras de la radiación, retardantes de la llama, conductoras, fotocromicas, termocromicas, crómicas, etc.) en materiales porosos, en lo que respecta a la encapsulación de aditivos con el fin de protegerlos de las condiciones presentes en el proceso de fabricación de fibras y polímeros y que permitirán su dosificación controlada, presentando el proceso una mejora del objeto de la patente europea EP 156424 en cuanto al proceso de encapsulación a escala industrial, a la naturaleza y capacidad de las microcápsulas y al proceso de incorporación de la mismas en las matrices de fibras y polímeros.

15 La presente invención aporta ventajas importantes en comparación con procesos de encapsulación existentes, puesto que se permite la incorporación de aditivos en el interior de las fibras o polímeros en las fases de reacción, síntesis, extrusión, inyección o hilado, protegiéndolos de este modo del uso, el lavado o el frotamiento y al mismo tiempo permitiendo su liberación de manera sostenida.

Esta invención permite la fabricación de fibras y polímeros con propiedades especiales cuya duración en el tiempo es mayor en comparación con procesos de aditivación existentes.

20 Más concretamente, la presente invención proporciona un método alternativo de aditivación de fibras y polímeros que posibilita la introducción de los aditivos en el interior de la matriz polimérica, prolongando la duración del efecto deseado.

25 La presente invención implica, además, un incremento en la capacidad de las cápsulas en comparación con el proceso descrito en la patente europea EP 1564242 gracias a considerar como cápsulas materiales porosos nuevos, especialmente los materiales mesoporosos y permitir así la introducción de una cantidad mayor de aditivo dentro de las fibras o polímeros.

La presente invención hace referencia a un proceso para la aditivación de fibras y polímeros a escala industrial.

ÁMBITO DE APLICACIÓN

30 En esta especificación se describe un proceso para la aditivación de fibras sintéticas, fibras artificiales y polímeros para conferir propiedades especiales por medio de la encapsulación de los aditivos en materiales porosos, que tiene una aplicación especial en el campo de la aditivación de fibras y polímeros mediante encapsulación de los mismos en materiales porosos, macro, meso o microporosos, preferiblemente en materiales mesoporosos.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

35 Existe una bibliografía extensa relativa a la encapsulación de sustancias y su aplicación en campos tan diversos como la industria farmacéutica, la agricultura, la cosmética, la alimentación y la industria textil.

40 Así pues, se conoce un gran número de procesos de encapsulación y de microencapsulación de aditivos con cápsulas de diferentes tipos y para distintos aditivos y/o sustancias, que se aplican en campos muy diversos. La mayoría de ellos hacen referencia a encapsulaciones y/o microencapsulaciones con polímeros u otros compuestos orgánicos, y no son capaces de proteger los aditivos de las condiciones del proceso de fabricación de la mayoría de productos basados en polímeros. En consecuencia, muchas de estas microcápsulas orgánicas se utilizan en las etapas de acabado pero no en los procesos de fabricación, y su aplicación se realiza en un proceso superficial, por lo que la duración de su efecto está limitada por la acción de la fricción, el lavado o el uso en general que se da al producto.

45 Así, la patente WO 01/06054 A1 registrada por la empresa Avant-Garb, LLC., reivindica un método de síntesis de nanopartículas para tratamientos de fibras, hilos y tejidos, que se aplican durante el acabado de la fibra, compuestas por un revestimiento polimérico que contiene grupos funcionales.

50 También existen numerosas patentes en las que se utiliza algún tipo de materiales porosos para encapsular sustancias, principalmente iones y complejos que generan catalizadores (p.ej.: US-5944876, US-4199478), para encapsular perfumes y aditivos para detergentes y suavizantes (p.ej.: US 5691303, WO 98/12298), para encapsular tintes y pigmentos (p.ej.: US-4874433), para encapsular gases y residuos radioactivos o tóxicos de manera

5 permanente (p.ej: EP 0 049936) e, intercambiados con cationes de plata, se utilizan como agentes antimicrobianos en fibras (p.ej.: US-2002023304, KR-9702893), pero en ninguno de los casos se utilizan para la aditivación interna de fibras y polímeros donde el objetivo de la encapsulación es la liberación sostenida y prolongada de los aditivos y/o su protección frente a las condiciones de proceso o frente a las condiciones externas, como es el caso en la presente invención.

10 De entre las patentes disponibles, algunas describen numerosos procesos para la incorporación de microcápsulas en textiles. Estas patentes reivindican procesos de incorporación de microcápsulas en artículos textiles en las fases de acabado, dado que las diferentes cápsulas utilizadas hasta el momento son de origen orgánico y no resistirían las condiciones de los distintos procesos de fabricación de fibras (p.ej.: WO 0290643-A1, WO 03040453- A1).

15 La presente invención propone una mejora sustancial en el proceso de aditivación de fibras y polímeros descrito en la patente EP 1564242 A1 en lo que respecta a la naturaleza de las cápsulas utilizadas, al aumento de la capacidad de almacenamiento de aditivos en las mismas, al proceso de incorporación de las cápsulas a la matriz polimérica de las fibras y al hecho de que la presente invención hace referencia a un proceso industrial.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

En la presente especificación se describe un proceso para la aditivación de fibras sintéticas, fibras artificiales y polímeros mediante la encapsulación de los aditivos en materiales porosos, según las reivindicaciones 1 y 25, que representa una mejora en el proceso descrito en la patente europea EP 1564242, y que comprende:

- 20
- la encapsulación del aditivo en los poros del material;
 - la incorporación de las partículas del material poroso (cápsulas) en la matriz polimérica de la fibra;
- e
- hilado de la fibra;

25 y que resiste las temperaturas y demás condiciones de los distintos procesos de fabricación a los que pueden someterse las fibras: polimerización, síntesis, extrusión, hilado, urdido, trefilado, teñido, tejeduría y acabados, lo que permite la introducción del aditivo en su matriz polimérica.

30 Proceso de aditivación de fibras en el que los materiales porosos utilizados como cápsulas son materiales mesoporosos (2 nm < tamaño de poro < 50 nm) y más preferiblemente materiales mesoporosos con un tamaño de partícula de 50 nm a 200 micras, de tal modo que, en el caso de aditivos para aplicaciones textiles, los materiales porosos deben tener preferiblemente un tamaño de partícula de 100 nm a 50 micras, y más preferiblemente de 500 nm a 5 micras.

Proceso para la aditivación de fibras en el que las cápsulas son materiales porosos inorgánicos u orgánicos (con puntos de fusión y/o temperaturas de descomposición más elevadas que la temperatura de procesamiento de la fibra a aditivar), escogidos del grupo de:

- 35
- 1- Óxidos metálicos, por ej.: sílice (microporosa, mesoporosa, pirogénica, cristalina, precipitada, gel), alúminas (alúmina activada, trióxido de aluminio, hidróxidos, alfa alúmina, gamma alúmina, bohemita), dióxido de titanio (anatasa, rutilo, gel), óxido de magnesio, óxido de hierro, óxido de zinc, óxido de zirconio, etc.
 - 2- Silicatos y aluminosilicatos, por ej.: silicatos o aluminosilicatos mesoporosos (MCM-41, SBA-15, etc.).
 - 3- Aluminofosfatos y fosfatos, por ej.: ALPO-5, VPI-5, etc.
- 40
- 4- Arcillas, por ej.: caolín, esmectitas, vermiculitas, atapulgita, sepiolita, etc.
 - 5- Materiales de carbón, por ej.: carbón activado, tamices moleculares de carbono, carbón superactivado, nanotubos de carbono, lignito, etc.
 - 6- Materiales nuevos, por ej.: estructuras organometálicas porosas (MOF), organosílices mesoporosas, materiales híbridos orgánicos-inorgánicos porosos, etc.
- 45
- 7- Polímeros porosos con puntos de fusión y/o temperaturas de descomposición más altas que la temperatura de proceso de la fibra a aditivar.

De este modo, el proceso es válido para todos los tamaños de poro posibles de los distintos materiales.

- 5 Dependiendo de la naturaleza hidrófila del aditivo a encapsular, del diámetro cinético de sus moléculas y de la aplicación que se vaya a dar al producto se escogerá como cápsula un material poroso u otro, el más adecuado en cada uno de los casos en cuanto a tamaño del poro, tamaño de partícula, superficie BET (método de Brunauer, Emmet y Teller - volumen de poros que puede ser ocupado por el aditivo), afinidad química por el aditivo a encapsular y precio.
- 10 El proceso de aditivación de fibras sintéticas, fibras artificiales y polímeros mediante la encapsulación de los aditivos en materiales porosos protege dichos aditivos durante los procesos de fabricación de las fibras hasta una temperatura de proceso de 300 °C.
- 15 El proceso de aditivación de fibras sintéticas, fibras artificiales y polímeros mediante la encapsulación de los aditivos en materiales porosos protege los aditivos del lavado, frotamiento y uso, prolongando la duración del efecto del aditivo cuando las cápsulas se introducen en la matriz polimérica.
- 20 Proceso de aditivación de fibras en el que las condiciones de encapsulación del aditivo suponen la encapsulación no permanente del mismo dentro de un material poroso, con una dosificación controlada del aditivo.
- 25 Además, el contenido de humedad (desorbible) de los materiales porosos debe ser preferiblemente inferior al 15% y más preferiblemente inferior al 5%. Para lograr esto, el material nanoporoso debe ser activado/deshidratado mediante calentamiento a una temperatura de entre 150-500°C.
- 30 Proceso de aditivación en el que el aditivo a encapsular se mezcla con el material poroso durante un periodo de tiempo que puede variar entre 5 y 48 horas, con agitación continua para fomentar el contacto aditivo/cápsula, y con calentamiento o enfriamiento para mantener una temperatura que puede variar entre -5 y 200°C (dependiendo del tipo de aditivo que se vaya a encapsular y de la naturaleza del material poroso que se seleccione como cápsula) para acelerar el equilibrio de adsorción entre el aditivo y las partículas porosas. Las proporciones aditivo-cápsula pueden oscilar entre 1/1 y 1/200, prefiriéndose 1/200.
- 35 El material poroso con el aditivo encapsulado es sometido a determinados tratamientos posteriores que consisten en el centrifugado o filtrado de la muestra, secado de las cápsulas que contienen el aditivo a una temperatura y durante un tiempo variables dependiendo del tipo de aditivo, que pueden ir de 25 a 200 °C, por un periodo de tiempo de 1 a 48 horas, y el triturado y/o micronizado de las mismas por un periodo de tiempo que puede variar de 3 minutos a 5 horas, con el fin de romper cualquier posible grumo formado durante el proceso de encapsulación.
- 40 Proceso de aditivación de fibras en el que la fuerza motriz para la dosificación del aditivo es la diferencia de concentración del mismo entre la cápsula y la matriz polimérica de la fibra y, a su vez, entre la matriz de la fibra y el exterior.
- 45 Proceso de aditivación de fibras en el que las condiciones de adsorción del aditivo suponen la encapsulación permanente del mismo dentro de un material poroso, confiriendo así una propiedad permanente a la fibra.
- 50 Para lograr la encapsulación permanente de un aditivo, se escoge un material poroso con un tamaño de poro inferior al de las moléculas del aditivo que, para ser introducidas, se someten a un tratamiento previo como por ejemplo oxidación, de modo que su estructura se modifique y puedan atravesar los poros. Una vez encapsuladas, se aplica el proceso inverso al aditivo para que las moléculas recuperen su tamaño.
- 55 Para lograr la encapsulación permanente de un aditivo, se utiliza un material poroso con un tamaño de poro suficientemente grande para que el aditivo pueda introducirse en sus poros. Posteriormente a la encapsulación del aditivo, se realiza un tratamiento posterior con xilanos, boranos o germanos, que son adsorbidos en la boca de los poros del material poroso y posteriormente oxidados mediante un tratamiento con vapor u otros agentes oxidantes con el fin de bloquear la salida del aditivo encapsulado.
- 60 Proceso de aditivación de fibras en el que la encapsulación del aditivo se produce principalmente por adsorción del mismo en el material poroso, pudiendo tener lugar la absorción, condensación capilar e intercambio de iones entre el aditivo y la cápsula.
- 65 Proceso de aditivación de fibras en el que la incorporación de la cápsula en la matriz polimérica de la fibra se efectúa durante la etapa de polimerización.
- 70 Proceso de aditivación de fibras en el que la incorporación de la cápsula en la matriz polimérica de la fibra se efectúa durante la fase de hilado.

Proceso de aditivación de fibras en el que la incorporación de la cápsula en la matriz polimérica de la fibra se efectúa durante el hilado del polímero, antes o durante la fusión del mismo o a la vez que la dilución del polímero, dependiendo del tipo de hilado.

5 Proceso de aditivación de fibras en el que la incorporación de la cápsula en la matriz polimérica de la fibra se efectúa rociando las cápsulas sobre el filamento, en la salida de la hilera, durante la fase en la que el polímero aún no se ha solidificado.

10 Proceso de aditivación de fibras en el que los aditivos a encapsular son, entre otros: perfumes, esencias, cosméticos (anticelulíticos, anti-arrugas, reafirmantes, antioxidantes, retardantes, cremas hidratantes, desodorantes, aloe vera, aceites esenciales, colágeno, extractos naturales, etc.), mentol, antimosquitos, antimanchas, antiolores, antiácidos, medicinas (antiinflamatorios, cicatrizantes, vitaminas, antibióticos, etc.), cromóforos, tintes, colorantes, etc.

Proceso de aditivación de polímeros mediante la encapsulación de aditivos en materiales porosos que comprende:

- 15 • la encapsulación del aditivo en los poros del material;
- la incorporación de las partículas del material poroso (cápsulas), preferiblemente nanoporoso, en la matriz polimérica del polímero; y
- 20 • la polimerización, extrusión y/o inyección del polímero; resistiendo las temperaturas y otras condiciones de los distintos procesos de fabricación a los que pueden someterse los polímeros: polimerización, extrusión, inyección, endurecimiento, termoformado, reticulación, moldeo, mecanizado y acabado, permitiendo la introducción del aditivo en la matriz polimérica.

Proceso de aditivación de polímeros en el que los materiales porosos utilizados como cápsulas son materiales mesoporosos, $2\text{nm} < \text{tamaño de poro} < 50\text{ nm}$, y más preferiblemente mesoporosos con un tamaño de partícula entre 50 nm y 200 micras de modo que, en el caso de aditivos para aplicaciones de plásticos, los materiales porosos deben tener preferiblemente un tamaño de partículas entre 500 nm y 40 micras .

25 Proceso para la aditivación de polímeros en el que los materiales porosos utilizados como cápsulas son materiales porosos inorgánicos u orgánicos (con puntos de fusión y/o temperaturas de descomposición por encima de 300 °C), escogidos del grupo de:

- 30 1- Óxidos metálicos, por ej.: sílice (microporosa, mesoporosa, pirogénica, cristalina, precipitada, gel), alúminas (alúmina activada, trióxido de aluminio, hidróxidos, alfa alúmina, gamma alúmina, bohemita), dióxido de titanio (anatasa, rutilo, gel), óxido de magnesio, óxido de hierro, óxido de zinc, óxido de zirconio, etc.
- 2- Silicatos y aluminosilicatos, por ej.: silicatos o aluminosilicatos mesoporosos (MCM-41, SBA-15, etc.).
- 3- Aluminofosfatos y fosfatos, por ej.: ALPO-5, VPI-5, etc.
- 4- Arcillas, por ej.: caolín, esmectitas, vermiculitas, atapulgita, sepiolita, etc.
- 35 5- Materiales de carbón, por ej.: carbón activado, tamices moleculares de carbono, carbón superactivado, nanotubos de carbono, lignito, etc.
- 6- Materiales nuevos, por ej.: estructuras organometálicas porosas (MOF), organosílices mesoporosas, materiales híbridos orgánicos-inorgánicos porosos, etc.
- 7- Polímeros porosos con puntos de fusión y/o temperaturas de descomposición más altas que la temperatura de proceso del polímero a aditivar.

40 Proceso de aditivación de polímeros en el que la incorporación de la cápsula en la matriz polimérica se efectúa durante la etapa de polimerización.

El proceso de aditivación de polímeros protege los aditivos durante el proceso de fabricación de los polímeros hasta una temperatura de proceso de 300 °C .

45 Proceso de aditivación de polímeros en el que las condiciones de encapsulación del aditivo suponen la encapsulación no permanente del mismo dentro de un material poroso, con una dosificación controlada del aditivo.

El contenido de humedad (desorbible) de los materiales porosos debe ser preferiblemente inferior al 15% y más preferiblemente inferior al 5%. Para lograr esto, el material poroso debe ser activado/deshidratado mediante calentamiento a una temperatura de entre 150-500°C.

5 Proceso de aditivación en el que el aditivo a encapsular se mezcla con el material poroso durante un periodo de tiempo que puede variar entre 5 y 48 horas, con agitación continua para fomentar el contacto aditivo/cápsula, y con calentamiento o enfriamiento para mantener una temperatura que puede variar entre -5 y 200°C (dependiendo del tipo de aditivo que se vaya a encapsular y de la naturaleza del material poroso que se seleccione como cápsula) para acelerar el equilibrio de adsorción entre el aditivo y las partículas porosas. Las proporciones aditivo-cápsula pueden oscilar 1/1 y 1/200, prefiriéndose 1/200.

10 El material poroso con el aditivo encapsulado es sometido a determinados tratamientos posteriores que consisten en el centrifugado o filtrado de la muestra, secado de las cápsulas que contienen el aditivo a una temperatura y durante un tiempo variables dependiendo del tipo de aditivo, que pueden ir de 25 a 200 °C, por un periodo de tiempo de 1 a 48 horas, y el triturado y/o micronizado de las mismas por un periodo de tiempo que puede variar de 3 minutos a 5 horas, con el fin de romper cualquier posible grumo formado durante el proceso de encapsulación.

15 Proceso de aditivación de polímeros en el que la fuerza motriz para la dosificación del aditivo es la diferencia de concentración del mismo entre la cápsula y la matriz del polímero y, a su vez, entre la matriz polimérica y el exterior.

20 Proceso de aditivación de polímeros en el que las condiciones de adsorción del aditivo suponen la encapsulación permanente del mismo dentro de un material poroso, confiriendo así una propiedad permanente al polímero.

25 Proceso de aditivación en el que, para lograr la encapsulación permanente de un aditivo, se escoge un material poroso con un tamaño de poro inferior al de las moléculas del aditivo que, para ser introducidas, se someten a un tratamiento previo como por ejemplo oxidación, de modo que su estructura se modifique y puedan atravesar los poros. Una vez encapsuladas, se aplica el proceso inverso al aditivo para que las moléculas recuperen su tamaño.

30 Proceso de aditivación en el que, para lograr la encapsulación permanente de un aditivo, se utiliza un material poroso con un tamaño de poro suficientemente grande para que el aditivo pueda introducirse en sus poros. Posteriormente a la encapsulación del aditivo, se realiza un tratamiento posterior con xilanos, boranos o germanos, que son adsorbidos en la boca de los poros del material poroso y se oxidadan mediante un tratamiento con vapor u otros agentes oxidantes con el fin de bloquear la salida del aditivo encapsulado.

Proceso de aditivación de polímeros en el que la encapsulación del aditivo se produce por adsorción, absorción, condensación capilar e intercambio de iones del mismo en el material poroso.

Proceso de aditivación de polímeros en el que la incorporación de la cápsula en la matriz polimérica se efectúa durante las etapas de polimerización, extrusión, inyección o endurecimiento.

35 Proceso de aditivación de polímeros en el que los aditivos a encapsular son, entre otros: perfumes, esencias, cosméticos, antimosquitos, antimanchas, antiolores, antiácidos, medicinas, cromóforos, tintes, colorantes, etc.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS PLANOS

40 Figura 1.- Muestra un gráfico comparativo de los espectros de infrarrojos de una serie de muestras de materiales porosos (SBA 15, sílice mesoporosa, zeolita Y desaluminizada y zeolita Y) que encapsulan aloe vera, y el espectro del aloe vera (aloe).

Figura 2.- Muestra un gráfico comparativo de los espectros de infrarrojos de una zeolita Y estándar, de la vitamina E y de una zeolita que encapsula vitamina E.

45 Figura 3.- Muestra un gráfico comparativo de los espectros de infrarrojos de una muestra de nylon 6, de una muestra de aloe vera y hilo de nylon 6 que contiene aloe vera encapsulado.

Figura 4.- Muestra un diagrama del proceso de aditivación de fibras y polímeros en el que el aditivo es encapsulado de manera permanente.

50 Figura 5.- Muestra un diagrama del proceso de aditivación de fibras y polímeros en el que el aditivo es encapsulado de manera no permanente en el material poroso, pudiendo realizarse una dosificación controlada del mismo.

DESCRIPCIÓN DE UNA REALIZACIÓN PREFERENTE

La presente invención hace referencia a un proceso para la aditivación de fibras sintéticas, fibras artificiales y polímeros basado en la adsorción de los aditivos en nano/micropartículas de materiales nanoporosos que comprende el proceso de nanoencapsulación, la introducción de la cápsula en el polímero y su procesamiento para la fabricación del artículo final.

Las técnicas de encapsulación existentes hasta el momento se basan en cápsulas orgánicas y poliméricas que no podrían resistir las condiciones de los procesos a los que se somete el polímero para sus usos finales, tanto textiles como plásticos. Además, el tamaño final de las cápsulas es, en muchos casos, demasiado grande para que éstas puedan ser introducidas durante el proceso de fabricación de las fibras. Así pues, los aditivos encapsulados se aplican superficialmente a las fibras en las fases de acabado.

El objeto de esta invención es el desarrollo de un proceso que permita la introducción de diferentes aditivos en la matriz polimérica de las fibras o polímeros, prolongando así su efecto. Para lograrlo se propone utilizar las nano/micropartículas de materiales nanoporosos como cápsulas, materiales nanoporosos inorgánicos u orgánicos (con puntos de fusión y/o temperaturas de descomposición superiores a 300 °C, escogidos del grupo de:

1- Óxidos metálicos, por ej.: sílice (mesoporosa, pirogénica, cristalina, precipitada, gel), alúminas (alúmina activada, trióxido de aluminio, hidróxidos, alfa alúmina, gamma alúmina, bohemita), dióxido de titanio (anatasa, rutilo, gel), óxido de magnesio, óxido de hierro, óxido de zinc, óxido de zirconio, etc.

2- Silicatos y aluminosilicatos, por ej.: silicatos o aluminosilicatos mesoporosos (MCM-41, SBA-15, etc.).

3- Aluminofosfatos y fosfatos, por ej.: ALPO-5, VPI-5, etc.

4- Arcillas, por ej.: caolín, esmectitas, vermiculitas, atapulgita, sepiolita, etc.

5- Materiales de carbón, por ej.: carbón activado, tamices moleculares de carbono, carbón superactivado, nanotubos de carbono, lignito, etc.

6- Materiales nuevos, por ej.: estructuras organometálicas porosas (MOF), organosílices mesoporosas, materiales híbridos orgánicos-inorgánicos porosos, etc.

7- Polímeros porosos con puntos de fusión y/o temperaturas de descomposición más altas que la temperatura de proceso de la fibra a aditivar.

La elección de estos materiales nanoporosos como cápsulas se debe no solo a su conocida capacidad de adsorción y su estructura porosa, sino también porque estos materiales presentan una elevada resistencia química y estabilidad mecánica y su estabilidad térmica llega hasta temperaturas superiores a los 300°C.

Además, estos materiales pueden ser modificados mediante técnicas de deposición química y física, intercambio de iones, etc. Estas características de los materiales porosos los hacen idóneos para ser utilizados como cápsulas donde se introducen aditivos a los que protegen de las condiciones de diversos procesos de fabricación a los que pueden someterse las fibras: polimerización, síntesis, extrusión, hilado, urdido, estirado, teñido, tejeduría y acabados, y los polímeros: polimerización, extrusión, inyección, endurecido, termoformado, reticulado o modelado.

Como están protegidos por la cápsula, los aditivos pueden ser introducidos en la matriz polimérica de la fibra o del plástico durante el proceso de fabricación de estos últimos, o en las fases de fusión del polímero, de manera que las cápsulas quedan protegidas por el polímero si se sueltan debido al efecto del uso, del lavado y el frotamiento, permaneciendo en su interior y con ello prolongando la vida de la prenda o artículo que se fabrique.

Dependiendo de la naturaleza hidrófila del aditivo a encapsular, del diámetro cinético de sus moléculas y de la aplicación que se vaya a dar al producto se escogerá como cápsula un material poroso u otro, el más adecuado en cada uno de los casos en cuanto a tamaño del poro, tamaño de partícula, superficie BET, afinidad química por el aditivo a encapsular y precio.

Las cápsulas utilizadas deben tener un tamaño que puede oscilar entre 50 nm y 200 micras, en el caso de aditivos para aplicaciones textiles las partículas porosas deben tener preferiblemente un tamaño de partícula entre 100 nm y 50 micras, y más preferiblemente entre 500 nm y 5 micras. Ejemplos de materiales porosos empleados en la investigación:

I	Materia	Tamaño de poro (nm)	Superficie BET (m ² /g)	Tamaño de partículas (mm)
41	MCM-	2 - 9	1000	2
Y ref.	Zeolita	1.2 0.5 -	300	0.5-1
	SBA-15	14	300	2 - 5
a ref.	Sepiolit	1 0.36 -	300	15
	Sílice	30	300	5

Para la encapsulación de aditivos en materiales porosos, el contenido de humedad (desorbible) de los mismos debe ser preferiblemente inferior al 15% y más preferiblemente inferior al 5%. Para lograrlo, el material poroso debe ser activado/deshidratado calentándolo a una temperatura de entre 150-500 °C. A continuación de este tratamiento previo, el aditivo a encapsular se mezcla con el material poroso durante un periodo de tiempo que puede variar entre 5 y 48 horas, con agitación continua para fomentar el contacto aditivo/cápsula, y con calentamiento o enfriamiento para mantener una temperatura que puede variar entre -5 y 200°C (dependiendo del tipo de aditivo que se vaya a encapsular y de la naturaleza del material poroso que se seleccione como cápsula) para acelerar el equilibrio de adsorción entre el aditivo y las partículas porosas.

Las proporciones aditivo-cápsula pueden oscilar entre 1:1 y 1:200, prefiriéndose 1:200. Los tratamientos posteriores realizados consisten en el centrifugado o filtrado de la mezcla de la cápsula de aditivo; esta fase de separación se repite tantas veces como sea necesario hasta la eliminación total del exceso de aditivo no encapsulado. Tras la separación, es posible que sea necesario secar las cápsulas que contienen el aditivo, con temperatura y tiempo variables dependiendo del tipo de aditivo y de la naturaleza de la cápsula, pudiendo ser de 25 a 200°C por un periodo de tiempo de 1 a 8 horas, y al triturado y/o micronización de las mismas durante un periodo de tiempo que puede variar entre 3 minutos y 5 horas, con el fin de romper los posibles grumos formados durante el proceso de encapsulación. En el proceso de encapsulación de aditivos, la interacción entre éstos y la cápsula se produce principalmente mediante adsorción, produciéndose también interacciones por absorción, condensación capilar e intercambio de iones en el material poroso.

A fin de comprobar la encapsulación del aditivo en el material poroso, se llevan a cabo mediciones del descenso de la superficie BET, que indican el volumen de poros ocupado por el aditivo y un análisis por espectroscopia de IR, con lo que se obtienen los resultados correspondientes a las figuras 1 y 2, que indican si los grupos funcionales característicos del aditivo están presentes dentro de las cápsulas o si, por el contrario, se han degradado durante el proceso de encapsulación. La cantidad de aditivo encapsulado se evalúa mediante tests de balance térmico (TGA - Análisis termogravimétrico) y por extracción del aditivo y posterior cuantificación por HPLC (Cromatografía líquida de alto rendimiento).

Para comprobar la presencia del aditivo encapsulado en el producto final se analizan muestras del polímero o de hilo mediante espectroscopia de IR cuyos resultados son semejantes a los que se muestran en la figura 3 y que indican si los grupos funcionales característicos del aditivo están presentes en el interior de las cápsulas o si, por el contrario, se han degradado durante el proceso de fabricación del producto. La cantidad de aditivo encapsulado es evaluada mediante la extracción del aditivo y posterior cuantificación del mismo mediante HPLC.

Dependiendo de las condiciones de encapsulación y del tipo de material poroso escogido, puede producirse la encapsulación permanente del aditivo (figura 4) de modo que quede retenido durante el proceso de fabricación y también durante la vida del artículo, confiriendo una propiedad permanente a este último.

Así pues, para lograr la encapsulación permanente de un aditivo, se escoge un material poroso con un tamaño de poro inferior al de las moléculas del aditivo que, para ser introducidas, se someten a un tratamiento previo como por ejemplo oxidación, de modo que su estructura se modifique y puedan atravesar los poros.

Una vez encapsuladas, se aplica el proceso inverso al aditivo para que las moléculas recuperen su tamaño.

Otra posibilidad es utilizar un material poroso con un tamaño de poro suficientemente grande para que el aditivo pueda introducirse en sus poros y posteriormente a la encapsulación del aditivo, realizar un tratamiento posterior con xilanos, boranos o germanos, que son adsorbidos en la boca de los poros del material poroso y

posteriormente oxidados mediante un tratamiento con vapor u otros agentes oxidantes con el fin de bloquear la salida del aditivo encapsulado.

5 Si tras la encapsulación no se realiza ningún tratamiento posterior para bloquear la salida del aditivo se obtiene una encapsulación no permanente (figura 5). El aditivo encapsulado en el material poroso saldrá a través del poro de dicho material por difusión, siendo la fuerza motriz la diferencia de concentración entre la cápsula y el polímero y, a su vez, entre el polímero y el exterior, produciéndose una dosificación controlada.

10 Una vez que el aditivo se ha encapsulado en el material poroso puede llevarse a cabo la incorporación de la cápsula en la matriz polimérica de la fibra o del polímero durante distintas fases del proceso de fabricación del producto. Cuando la aditivación se lleva a cabo en fibras sintéticas o artificiales, la aditivación puede realizarse en las siguientes fases:

- Durante la reacción de polimerización: dispersando las cápsulas en cualquiera de los monómeros durante o al final de la reacción de polimerización, cuando el prepolímero o el polímero están en la fase fundida o en disolución.

15 • Durante la fase de hilado: añadiéndolo al polímero justo antes o durante la fusión del mismo mediante un dispositivo dosificador de polvo, virutas o líquido (dependiendo de si las cápsulas están en estado sólido o en forma de polímero o masterbatch líquido) conectado al extrusor, o a la vez que la disolución del polímero, dependiendo del tipo de hilo, y durante el proceso de solidificación o coagulación de las fibras las partículas son retenidas en el interior de la matriz polimérica.

20 • Se realiza a la salida de la hilera si el polímero no se ha solidificado o coagulado todavía, rociando las cápsulas sobre el filamento.

Todo el proceso de hilado se realiza del mismo modo y bajo las mismas condiciones que se realizaría para la fibra sin aditivar. Cuando la aditivación se lleva a cabo en polímeros para aplicaciones de plásticos, la aditivación puede realizarse en las siguientes fases:

25 • Durante la reacción de polimerización: dispersando las cápsulas en algunos de los monómeros, durante o al final de la reacción de polimerización, cuando el prepolímero o el polímero están en la fase fundida o en disolución.

• Durante la fase de extrusión del polímero, mediante un dispositivo dosificador de polvo, virutas o líquido (dependiendo de si las cápsulas están en estado sólido o en forma de polímero o masterbatch líquido) a la vez que el resto de aditivos en la fase de compounding.

30 • Antes de la inyección de la pieza, cuando el polímero está fundido, mediante un dispositivo dosificador de polvo, virutas o líquido.

35 Tanto en un caso como en el otro, para facilitar la dosificación y la dispersión de las cápsulas en el polímero así como su procesado, se añade una pequeña cantidad de un producto como por ejemplo un agente dispersante y lubricantes, interno o externo, durante el triturado de las cápsulas. Por ejemplo, un 0,1-0,3% de una sal del ácido montánico es suficiente para facilitar el procesado.

40 El proceso de aditivación de la presente invención permite la introducción de una gama infinita de aditivos en la matriz polimérica para conferir propiedades especiales a la misma que persistirán durante un tiempo largo, dependiendo de su naturaleza. Los aditivos a encapsular son, entre otros: perfumes, esencias, cosméticos (anticelulíticos, reafirmantes, antioxidantes, retardantes, cremas hidratantes, desodorantes, aloe vera, aceites esenciales, colágeno, extractos naturales, etc.), mentol, antimosquitos, antimanchas, antiolores, antiácaros, medicinas (antiinflamatorios, cicatrizantes, vitaminas, antibióticos, etc.), cromóforos, tintes, colorantes, etc.

45 En general, cualquier sustancia inestable y/o que requiere protección frente a las condiciones del proceso y/o que precisa una dosificación controlada puede ser susceptible de beneficiarse de este proceso. Dependiendo del aditivo utilizado, este proceso de aditivación permitirá obtener una amplia gama de productos finales, cuyos campos de aplicación pueden ser muy diversos, entre otros: ropa deportiva, ropa interior, prendas y artículos de protección, artículos textiles y plásticos para el sector sanitario, prendas y artículos para el baño, el sector textil en general, el sector del automóvil, sector eléctrico, sector cosmético, textiles para el hogar y artículos para el hogar, juguetes, gafas, detectores, etc.

50 En relación a las figuras, podemos ver en la figura 1 los espectros de cuatro materiales porosos distintos que encapsulan aloe vera: SBA 15, sílice mesoporosa, zeolita Y desaluminizada y zeolita Y, y el espectro del aloe vera. Puede observarse cómo, tras la encapsulación, los cuatro materiales porosos presentan numerosos picos que corresponden al aloe vera encapsulado en ellos.

El espectro de la zeolita Y muestra una intensidad más baja de los picos característicos del aloe vera en comparación con los otros tres materiales porosos, lo que indica que la cantidad de aloe vera encapsulada es menor que en los otros. Esto puede explicarse por el tamaño menor de poro de la zeolita Y. Las diferencias entre los materiales en cuanto a tamaño de poro e hidrofiliidad hacen que unos sean más adecuados que otros para la encapsulación de un aditivo concreto.

La figura 2 muestra que el aditivo ha sido encapsulado en un material nanoporoso. En los espectros de infrarrojos del aditivo pueden verse la cápsula y el aditivo encapsulado en el material nanoporoso. Se observa que los picos característicos de la vitamina E situados a unas longitudes de onda de 1700-1800 y 2800-3000 cm^{-1} (espectro de la vitamina E) aparecen al lado de los picos característicos de la cápsula (espectro de la zeolita Y) en el IR de las muestras de vitamina E encapsulada en zeolita Y, mostrando un cierto desplazamiento, indicativo de la adsorción de las moléculas en la cápsula.

La figura 3 muestra la presencia de un aditivo en el producto final tras su proceso de fabricación.

Para confirmar la presencia de aloe vera encapsulado en hilo de nylon 6 se analizaron las muestras de hilo mediante espectroscopia de IR cuyos resultados indicaron que los grupos funcionales característicos del aloe vera en 1000-1750 cm^{-1} aparecen al lado de los del nylon 6 en el espectro correspondiente al nylon 6 con aloe vera.

MODOS DE REALIZACIÓN DE LA INVENCION

La presente invención se ilustra además con estos ejemplos, cuyo alcance no es restrictivo.

EJEMPLOS:

Ejemplo 1: Aditivación de fibras de poliamida 6 con aloe vera

El propósito de esta aditivación es obtener un hilo multifilamento de poliamida 6 para el mercado de lencería que contenga aloe vera. Como el aloe vera es un producto natural que se degradaría en las condiciones de procesado de las fibras, necesita ser encapsulado antes de su aplicación en la fibra.

El aloe vera puro utilizado se extrajo de la planta Aloe barbadensis. Dada la naturaleza hidrófila del aloe vera y su composición (4% de moléculas voluminosas del tipo azúcares, antraquinonas, vitaminas, etc.), se seleccionó una sílice mesoporosa nanoestructurada (SBA-15) para su encapsulación que presenta las características siguientes: tamaño de poro 8,5 nm, superficie BET = 920 m^2/g , tamaño de partícula 0,5-1 μm .

El proceso de encapsulación se realizó de la siguiente manera: se deshidrataron 50 kg de SBA-15 mediante calentamiento a una temperatura de 250°C durante 8 h, a continuación, el aloe vera se mezcló con las micropartículas de SBA-15 durante 24 horas, con agitación continua, para favorecer el contacto aloe/cápsula, y enfriando para mantener una temperatura en la mezcla de 25 °C. La proporción aloe/cápsula fue 10/1. Los tratamientos posteriores realizados fueron centrifugado de la muestra con separación del aloe vera, secado de las cápsulas a 100°C durante 48 horas y triturado durante 2 horas y por último, micronizado del producto.

A fin de comprobar la encapsulación del aditivo en la sílice mesoporosa se llevaron a cabo mediciones del descenso de la superficie BET, que indicaron que el 80% del volumen de poros fue ocupado por el aditivo, y la muestra se analizó por espectroscopia de infrarrojos, obteniéndose la curva SBA-15 de la figura 1, donde se aprecia que los picos característicos del aloe vera situados entre longitudes de onda 1000-1750 cm^{-1} aparecen junto a los picos característicos de la SBA-15 en los infrarrojos de la muestra, presentando desplazamiento indicativo de la adsorción de las moléculas en el material poroso.

La incorporación de las microcápsulas en la matriz polimérica de la fibra de poliamida 6 se realizó durante el hilado de la poliamida. 50 g de muestra se aditivaron mediante un dosificador de masterbatch conectado a la extrusora de la hilera Se fabricaron 1500 bobinas de 1 kg de una fibra de poliamida 6 título 44 dtex y 34 filamentos, con una concentración del 3% de aditivo nanoencapsulado, a una velocidad de bobinado de 3950 m/min . Se realizaron mediciones con infrarrojos del hilo obtenido, que revelaron la presencia de aloe vera en su interior.

ref.- Ejemplo 2: Aditivación de polietileno con un aditivo termocrómico para aplicaciones de plásticos

El propósito de esta microencapsulación es obtener piezas inyectadas de polietileno que contengan un aditivo termocrómico que cambia de color, para la fabricación de juguetes.

Se utilizó un tinte termocrómico a base de tetraclorocuprato de bis (dietilamonio). Dada la naturaleza organófila del aditivo, se seleccionó una zeolita para su encapsulación con las características siguientes: tamaño de poro 0,7 nm, razón Si/Al = infinito (organófilo), tamaño de partícula 1-4 μm .

5 El proceso de encapsulación se realizó de la siguiente manera: se deshidrataron 50 kg de zeolita mediante calentamiento a una temperatura de 350°C durante 8 h, a continuación el tinte se mezcló con las micropartículas de zeolita durante 5 horas con agitación continua para favorecer el contacto aditivo/cápsula, y a temperatura ambiente. La proporción aditivo/cápsula fue 5/1. Los tratamientos posteriores realizados fueron centrifugado de la muestra con separación del tinte termocrómico, secado de la zeolita a 100°C durante 8 horas y triturado durante 3 horas.

A fin de comprobar la encapsulación del aditivo en la zeolita se llevaron a cabo mediciones del descenso de la superficie BET, que indicaron que el 70% del volumen de poros fue ocupado por el aditivo, y se comprobó mediante DSC (calorimetría diferencial de barrido) que el efecto termocrómico del aditivo se mantenía una vez encapsulado.

10 La incorporación de las microcápsulas en la matriz polimérica del polietileno se realizó durante la extrusión del polímero, fase que coincide con la aditivación de los estabilizadores y lubricantes necesarios para la inyección del polietileno. Los 50 g de muestra se aditivaron mediante un dosificador de polvo conectado a la extrusora de tal manera que las virutas resultantes contenían un 0,2% de cromóforo. Las piezas obtenidas tras la inyección mantuvieron sus propiedades termocromáticas.

15

REIVINDICACIONES

1. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS SINTÉTICAS Y ARTIFICIALES QUE LES CONFIERE PROPIEDADES ESPECIALES, que comprende los siguientes pasos:

- la encapsulación de un aditivo en los poros de un material poroso;

5 • la incorporación de partículas del material poroso, las denominadas cápsulas, en la matriz polimérica de la fibra; e

10 • hilado de la fibra; resistiendo la cápsula las temperaturas y demás condiciones de los distintos procesos de fabricación a los que pueden someterse las fibras, y la introducción del aditivo en la matriz polimérica de las mismas, caracterizado porque el material poroso es un material mesoporoso con $2\text{ nm} < \text{tamaño de poro} < 50\text{ nm}$ y escogido de un óxido metálico, un aluminofosfato, arcilla, un material de carbón, un material híbrido orgánico-inorgánico o un polímero poroso.

2. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS según la reivindicación 1, caracterizado porque protege los aditivos de los procesos de fabricación de fibras hasta una temperatura de proceso de $300\text{ }^\circ\text{C}$.

15 **3. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según la reivindicación 1, caracterizado porque protege los aditivos del lavado y frotamiento, prolongando la duración del efecto del aditivo mediante la introducción de las cápsulas en la matriz polimérica.

20 **4. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz polimérica de la fibra es una partícula de un óxido metálico poroso como por ejemplo sílice, incluyendo la sílice mesoporosa, pirogénica, cristalina, precipitada o gel; alúminas incluyendo la alúmina activada, trióxido de aluminio, hidróxidos, alfa alúmina, gamma alúmina o bohemita; dióxido de titanio incluyendo la anatasa, el rutilo o gel, óxido de magnesio, óxido de hierro, óxido de zinc, óxido de zirconio.

5. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz polimérica de la fibra es una partícula de aluminofosfato y fostato porosos como por ejemplo ALPO-5, VPI-5, y silicatos mesoporosos como por ejemplo MCM-41 o SBA-15.

25 **6. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz polimérica de la fibra es una partícula de arcilla porosa como por ejemplo caolín, esmectitas, vermiculitas, atapulgita, sepiolita, etc.

30 **7. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz polimérica de la fibra es una partícula de un material de carbón poroso, como por ejemplo: carbón activado, tamices moleculares de carbono, nanotubos de carbono, lignito, etc.

8. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz polimérica de la fibra es una partícula de estructura organometálica porosa, una organosílice mesoporosa o un material híbrido orgánico-inorgánico poroso.

35 **9. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz polimérica de la fibra es una partícula de un polímero poroso con un punto de fusión y/o una temperatura de descomposición más alta que la temperatura de proceso de la fibra a aditivar.

40 **10. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz polimérica de la fibra es un material mesoporoso con un tamaño de partícula de 50 nm a 200 micras , en el caso de aditivos para aplicaciones textiles, preferiblemente con un tamaño de partícula de 100 nm a 50 micras , y más preferiblemente de 500 nm a 5 micras .

11. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende, además, el paso de encapsulación no permanente de un aditivo dentro de un material poroso, realizándose la dosificación controlada del aditivo.

45 **12. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según la reivindicación 11, caracterizado porque el material de la cápsula es deshidratado mediante calentamiento hasta una temperatura de entre $150\text{-}500\text{ }^\circ\text{C}$ para obtener un contenido de humedad en el material poroso inferior al 15%, preferiblemente inferior al 5%.

13. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS según la reivindicación 11, caracterizado porque el aditivo a encapsular se mezcla con el material poroso durante un periodo de tiempo que puede variar entre 5 y 48 horas, con agitación continua para fomentar el contacto aditivo/cápsula, y con calentamiento o enfriamiento para

mantener una temperatura que puede variar entre -5 y 200 °C para acelerar el equilibrio de adsorción entre el aditivo y las partículas porosas, estando las proporciones aditivo-cápsula entre 1/1 y 1/200, prefiriéndose 1/200.

5 **14. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según la reivindicación 11, caracterizado porque los tratamientos posteriores realizados sobre el material poroso con el aditivo encapsulado consisten en centrifugado o filtrado de la muestra, secado de las cápsulas que contienen el aditivo a una temperatura y durante un tiempo variables, entre 25 °C y 200 °C durante un periodo de tiempo de 1 a 48 horas, y triturado y/o micronizado del mismo durante un periodo de tiempo que puede oscilar de 3 minutos a 5 horas.

10 **15. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según la reivindicación 11, caracterizado porque la fuerza motriz para la dosificación del aditivo es la diferencia de concentración del mismo entre la cápsula y el polímero y, a su vez, entre el polímero y el exterior.

16. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por la encapsulación permanente del aditivo en un material poroso de modo que quede retenido durante el proceso de fabricación y también durante la vida del artículo, confiriendo una propiedad permanente a la fibra.

15 **17. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según la reivindicación 16, caracterizado porque para lograr la encapsulación permanente de un aditivo, se escoge un material poroso con un tamaño de poro inferior al tamaño de las moléculas del aditivo que, para ser introducidas, se someten a un tratamiento previo como por ejemplo oxidación, de modo que su estructura se modifique y puedan atravesar los poros, para que una vez encapsulado según las reivindicaciones 12, 13 y 14, se aplique el proceso inverso y las moléculas recobren su tamaño.

20 **18. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según la reivindicación 16, caracterizado porque para lograr la encapsulación permanente de un aditivo, se utiliza un material poroso con un tamaño de poro suficientemente grande para que el aditivo pueda introducirse en sus poros de modo que posteriormente a la encapsulación del aditivo según las reivindicaciones 12, 13 y 14, se realiza un tratamiento posterior con xilanos, boranos o germanos, que son adsorbidos en la boca de los poros del material poroso, y se oxidan mediante un tratamiento con vapor u otros agentes oxidantes, bloqueando la salida del aditivo encapsulado.

25 **19. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la encapsulación del aditivo se produce principalmente por adsorción, absorción, condensación capilar y/o intercambio de iones del mismo en el material poroso.

30 **20. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la incorporación de la cápsula a la matriz polimérica de la fibra se efectúa durante la etapa de polimerización.

35 **21. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la incorporación de la cápsula a la matriz polimérica de la fibra se efectúa durante la etapa de hilado.

40 **22. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la incorporación de la cápsula a la matriz polimérica de la fibra se efectúa durante el hilado del polímero antes o durante la fusión del mismo mediante un dispositivo dosificador de polvo, virutas o líquido, dependiendo de si las cápsulas están en estado sólido o en forma de polímero o masterbatch líquido, conectado al extrusor, o a la vez que la disolución del polímero, dependiendo del tipo de hilera.

23. PROCESO DE ADITIVACIÓN DE FIBRAS según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la incorporación de la cápsula a la matriz polimérica de la fibra se efectúa rociando las cápsulas sobre el filamento, en la salida de la hilera, durante la fase en la que el polímero aún no se ha solidificado.

45 **24. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE FIBRAS** según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque los aditivos a encapsular comprenden: perfumes, esencias, cosméticos incluyendo anticelulíticos, reafirmantes, anti-arrugas, antioxidantes, retardantes, cremas hidratantes, desodorantes, aloe vera, aceites esenciales, colágeno y extractos naturales; mentol, antimosquitos, antimanchas, antiolores, antiácidos, medicinas incluyendo antiinflamatorios, cicatrizantes, vitaminas y antibióticos; cromóforos, tintes o colorantes.

25. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS que comprende los siguientes pasos:

- 50
- la encapsulación de un aditivo en los poros de un material poroso, denominados cápsulas;
 - la incorporación de partículas del material poroso a la matriz del polímero; y

- 5 • polimerización, extrusión y/o inyección del polímero; dicha encapsulación de los aditivos en los poros los protege de las temperaturas y demás condiciones de los distintos procesos de fabricación a los que pueden someterse los polímeros y la introducción del aditivo en la matriz del mismo, caracterizado porque el material poroso es un material mesoporoso con $2 \text{ nm} < \text{tamaño de poro} < 50 \text{ nm}$ y escogido de un óxido metálico, un aluminofosfato, arcilla, un material de carbón, un material híbrido orgánico-inorgánico o un polímero poroso.
- 26. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según la reivindicación 25, caracterizado porque protege los aditivos de los procesos de fabricación de polímeros hasta una temperatura de proceso de $300 \text{ }^\circ\text{C}$.
- 10 27. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según las reivindicaciones 25-26, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz del polímero es una partícula de un óxido metálico poroso como por ejemplo sílice, incluyendo la sílice mesoporosa, pirogénica, cristalina, precipitada o gel; alúminas incluyendo la alúmina activada, trióxido de aluminio, hidróxidos, alfa alúmina, gamma alúmina o bohemita; dióxido de titanio incluyendo la anatasa, el rutilo o gel, óxido de magnesio, óxido de hierro, óxido de zinc, óxido de zirconio.
- 15 28. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según las reivindicaciones 25-26, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz del polímero es una partícula de aluminofosfato o fosfato porosos como por ejemplo ALPO-5, VPI-5, y silicatos mesoporosos como por ejemplo MCM-41 o SBA-15.
- 20 29. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según las reivindicaciones 25-26, caracterizado porque la cápsula incorporada en la matriz del polímero es una partícula de arcilla porosa como por ejemplo caolín, esmectitas, vermiculitas, atapulgita o sepiolita.
- 30 30. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según las reivindicaciones 25-26, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz del polímero es una partícula de un material de carbón poroso, como por ejemplo: carbón activado, tamices moleculares de carbono, carbón superactivado, nanotubos de carbono, lignito, etc.
- 31. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según las reivindicaciones 25-26, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz del polímero es una partícula de estructura organometálica porosa, una organosílice mesoporosa o un material híbrido orgánico-inorgánico poroso.
- 25 32. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según las reivindicaciones 25-26, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz del polímero es una partícula de un polímero poroso con puntos de fusión y/o temperaturas de descomposición más elevadas que la temperatura de proceso del polímero a aditar.
- 30 33. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según las reivindicaciones 25-32, caracterizado porque la cápsula incorporada a la matriz del polímero es material mesoporoso con un tamaño de partícula de 50 nm a 200 micras , en el caso de aditivos para aplicaciones de plásticos, preferiblemente con un tamaño de partícula del material poroso de 500 nm a 40 micras .
- 34. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según las reivindicaciones 25-33, caracterizado porque las condiciones de encapsulación del aditivo suponen la encapsulación no permanente del mismo dentro de un material poroso, realizándose la dosificación controlada del aditivo.
- 35 35. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según la reivindicación 34, caracterizado porque el contenido de humedad del material poroso es inferior al 15%, preferiblemente inferior al 5%, para lo cual, el material nanoporoso debe ser activado/deshidratado mediante calentamiento hasta una temperatura de entre $150\text{-}500 \text{ }^\circ\text{C}$.
- 40 36. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según la reivindicación 34, caracterizado porque el aditivo a encapsular se mezcla con el material poroso durante un periodo de tiempo que puede variar entre 5 y 48 horas, con agitación continua para fomentar el contacto aditivo/cápsula, y con calentamiento o enfriamiento para mantener una temperatura que puede variar entre -5 y 200°C dependiendo del tipo de aditivo a encapsular y de la naturaleza del material poroso escogido como cápsula, para acelerar el equilibrio de adsorción entre el aditivo y las partículas porosas de modo que las proporciones de la cápsula de aditivo están en el rango de $1/1$ a $1/200$, prefiriéndose $1/200$.
- 45 37. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según la reivindicación 34, caracterizado porque los tratamientos posteriores realizados consisten en centrifugado o filtrado de la muestra, secado de las cápsulas que contienen el aditivo a una temperatura y durante un tiempo variables, entre $25 \text{ }^\circ\text{C}$ y $200 \text{ }^\circ\text{C}$ durante un periodo de tiempo de 1 a 48 horas, y triturado y/o micronizado del mismo durante un periodo de tiempo que puede oscilar de 3 minutos a 5 horas.
- 50 38. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según la reivindicación 34, caracterizado porque la fuerza motriz para la dosificación del aditivo es la diferencia de concentración del mismo entre la cápsula y el polímero y, a su vez, entre el polímero y el exterior.

39. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según las reivindicaciones 25 o 27, caracterizado por la encapsulación permanente del aditivo en un material poroso de modo que quede retenido durante el proceso de fabricación y también durante la vida del artículo, confiriendo una propiedad permanente al polímero.

5 **40. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS** según la reivindicación 39, caracterizado porque para lograr la encapsulación permanente de un aditivo, se escoge un material poroso con un tamaño de poro inferior al tamaño de las moléculas del aditivo que, para ser introducidas, se someten a un tratamiento previo como por ejemplo oxidación, de modo que su estructura se modifique y puedan atravesar los poros, para que, una vez encapsulado el aditivo según las reivindicaciones 35, 36 y 37, se aplique el proceso inverso y las moléculas recobren su tamaño.

10 **41. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS** según la reivindicación 39, caracterizado porque para lograr la encapsulación permanente de un aditivo, se utiliza un material poroso con un tamaño de poro suficientemente grande para que el aditivo pueda introducirse en sus poros de modo que, posteriormente a la encapsulación del aditivo según las reivindicaciones 35, 36 y 37, se realice un tratamiento posterior con xilanos, boranos o germanos, que son adsorbidos en la boca de los poros del material poroso y se oxide mediante un
15 tratamiento con vapor u otros agentes oxidantes, bloqueando la salida del aditivo encapsulado.

42. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según las reivindicaciones 25 o 27, caracterizado porque la encapsulación del aditivo se produce principalmente por adsorción, absorción, condensación capilar y/o intercambio de iones del mismo en el material poroso.

20 **43. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS** según la reivindicación 25, caracterizado porque la incorporación de la cápsula a la matriz del polímero se efectúa durante la etapa de polimerización.

44. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS según la reivindicación 25, caracterizado porque la incorporación de la cápsula a la matriz del polímero se efectúa durante la etapa de extrusión o inyección.

25 **45. PROCESO PARA LA ADITIVACIÓN DE POLÍMEROS** según la reivindicación 25, caracterizado porque los aditivos a encapsular son, entre otros: perfumes, esencias, cosméticos, mentol, antimosquitos, antimanchas, antiolores, antiácidos, medicinas, cromóforos, tintes, colorantes, etc.

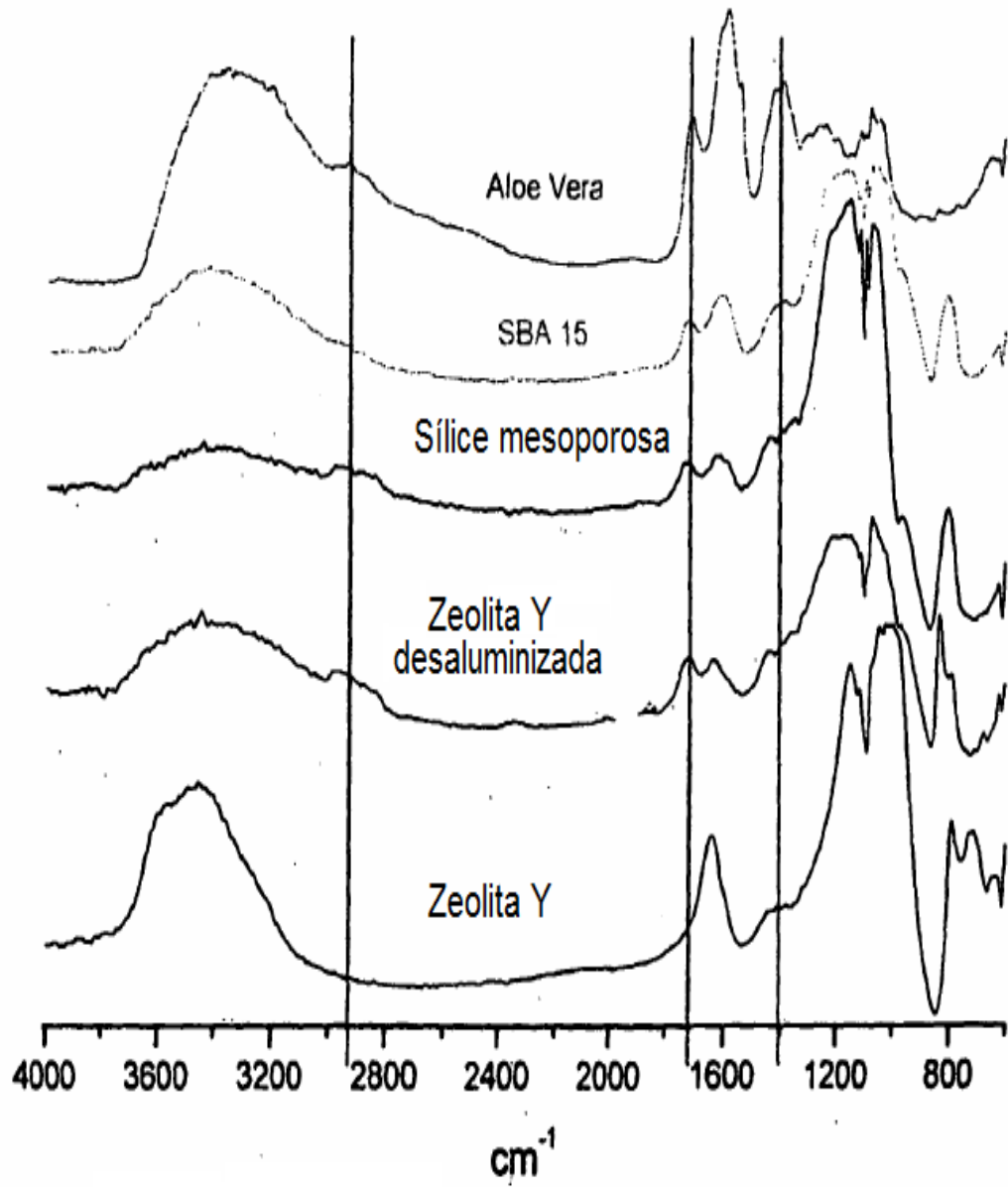


Fig. 1

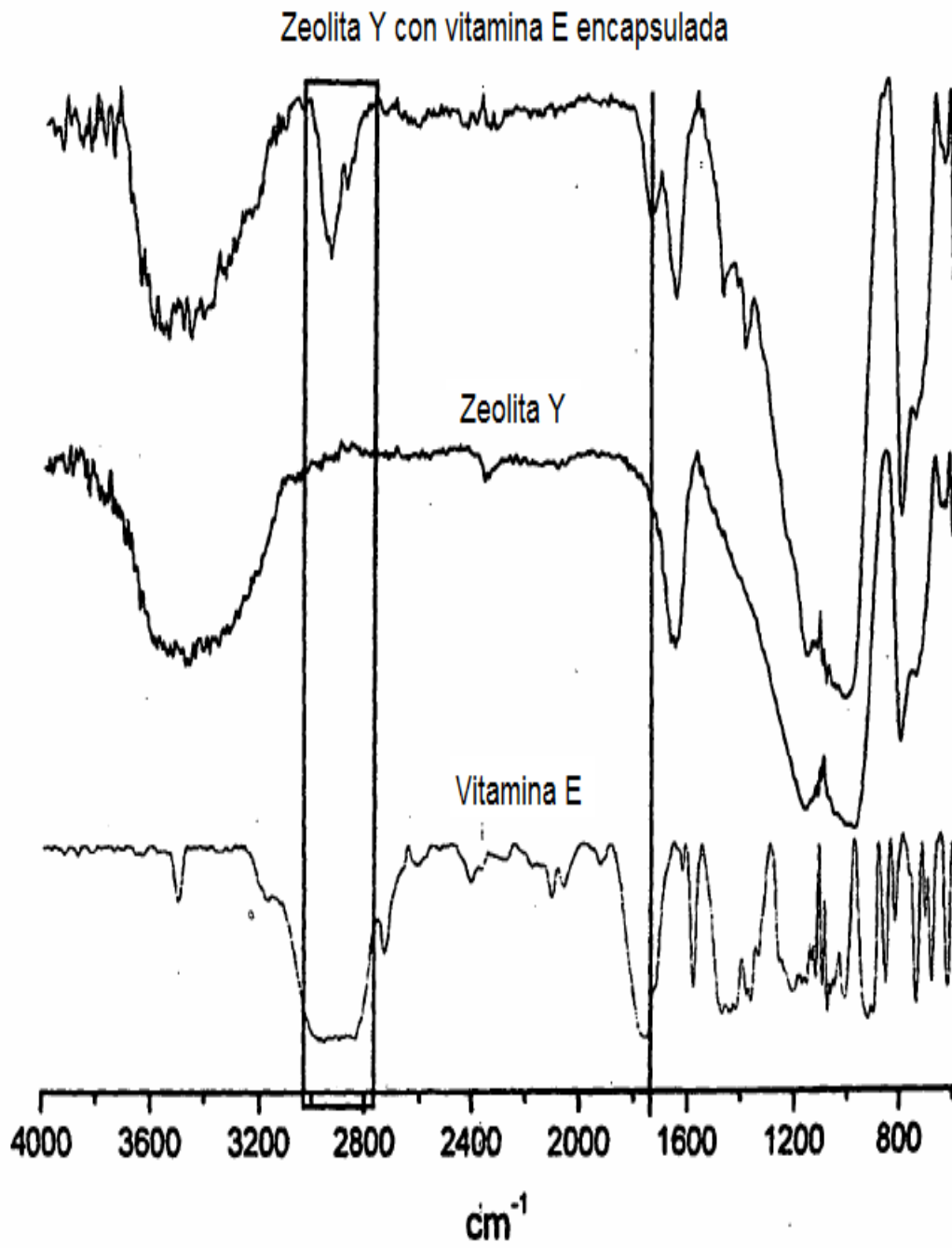


Fig. 2

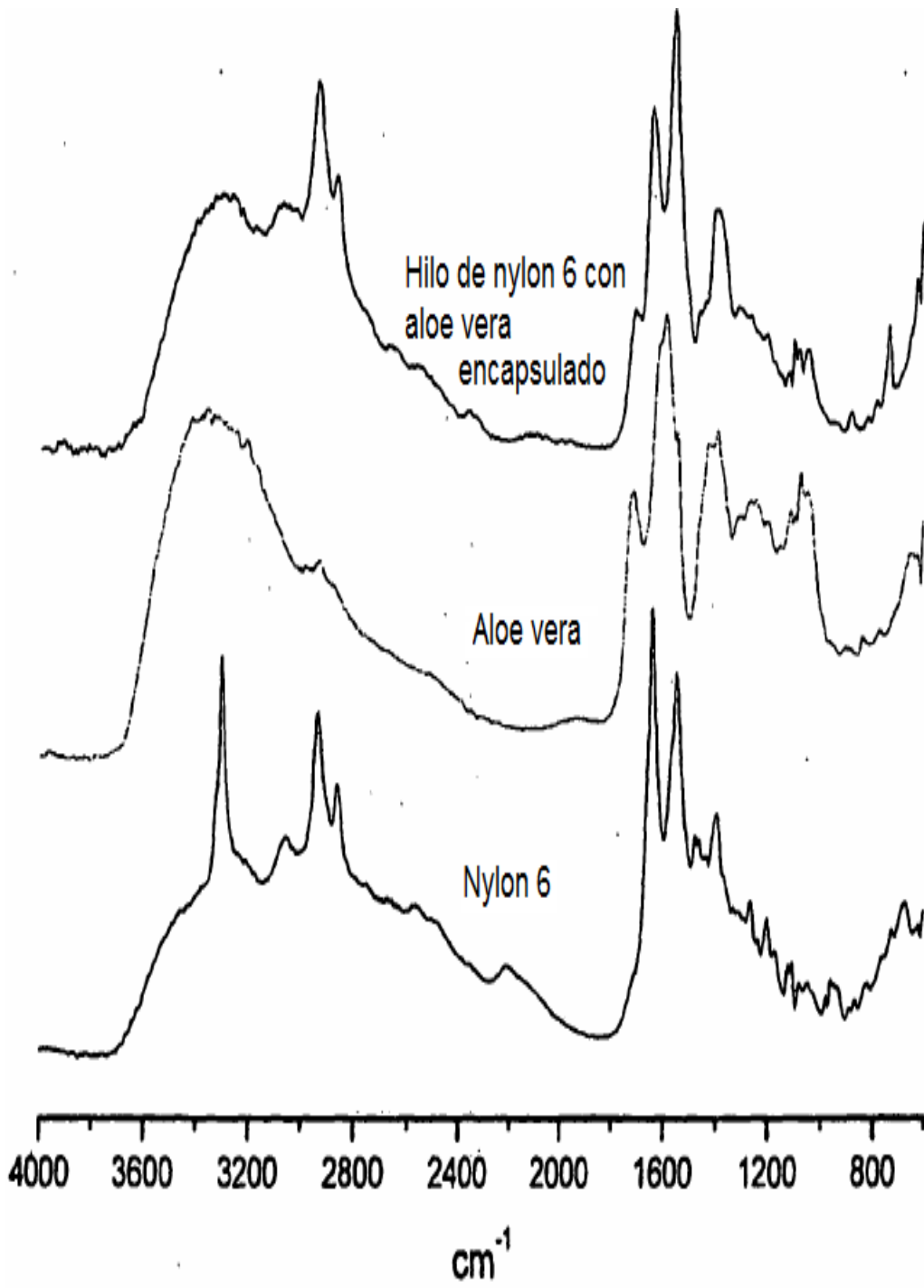


Fig. 3

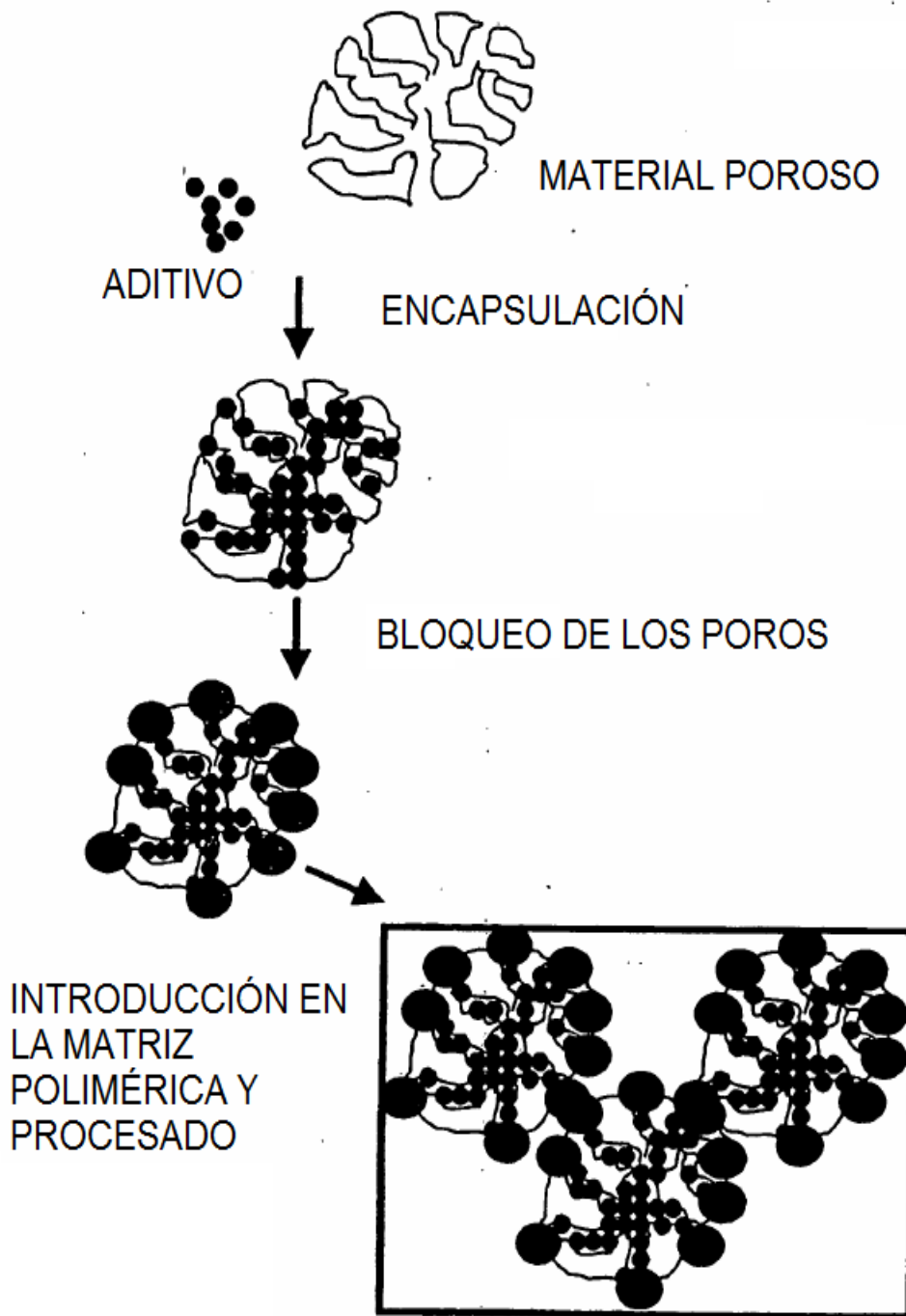


Fig. 4

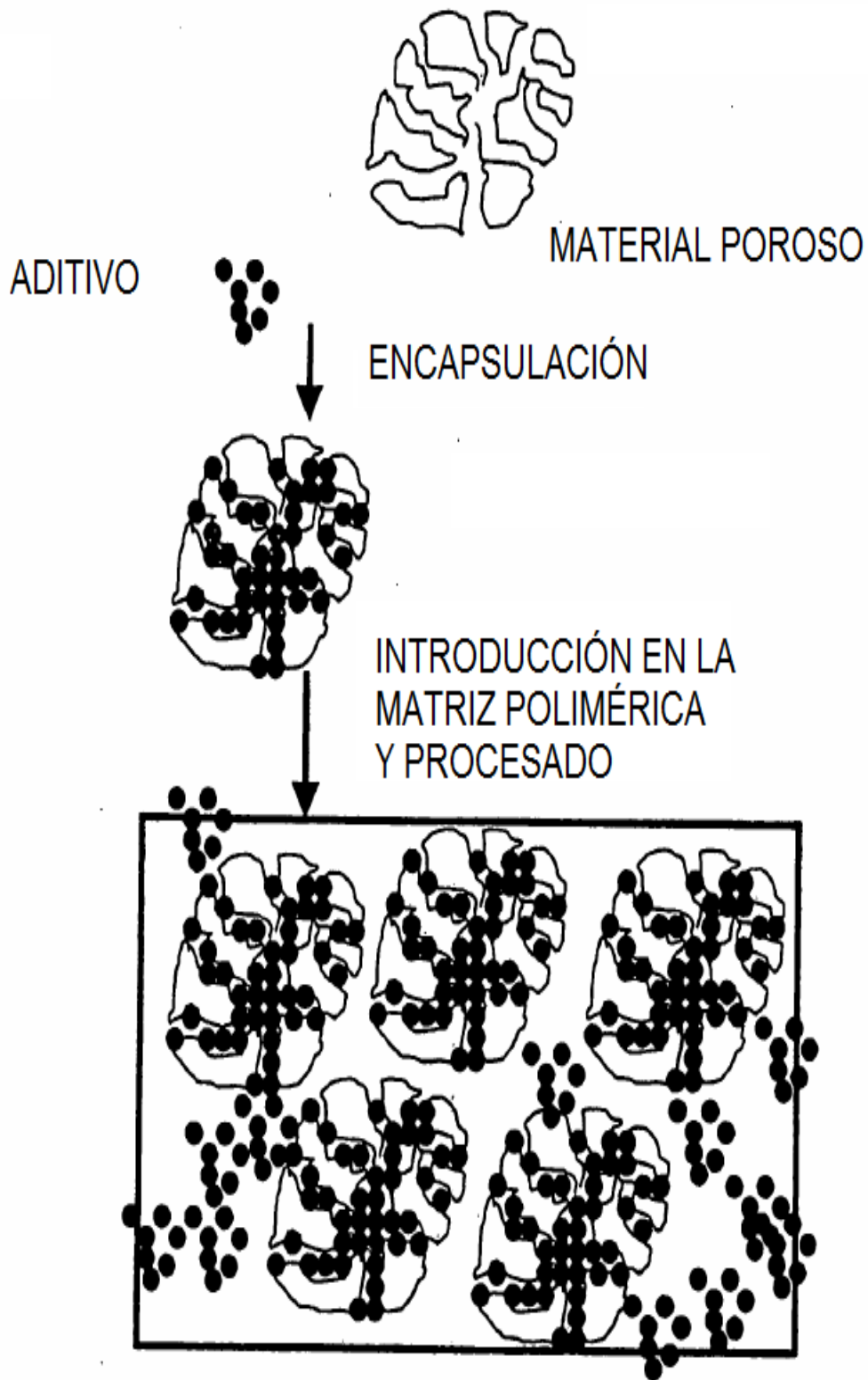


Fig. 5