

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 607 433**

51 Int. Cl.:

B01J 13/22 (2006.01)

D06M 23/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.08.2003 PCT/PT2003/000011**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.03.2005 WO05018795**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.08.2003 E 03818316 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.09.2016 EP 1658131**

54 Título: **Microcápsulas de doble pared con una pared externa termoplástica y su proceso de aplicación**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
31.03.2017

73 Titular/es:

**DEVAN-MICROPOLIS SA (100.0%)
Rua Engenheiro Frederico Ulrich 2650 Centro
Tecnimaia Porto Concelho
4470-605 Moreira da Maia, PT**

72 Inventor/es:

**NAYLOR DA ROCHA GOMES, JAIME, ISIDORO y
ESTEVES LIMA, CARLOS JOAQUIM**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 607 433 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

Microcápsulas de doble pared con una pared externa termoplástica y su proceso de aplicación

5 La presente invención se refiere a un proceso para adherir a sustratos, concretamente a sustratos textiles, microcápsulas de doble pared con una pared termoplástica externa.

10 Las microcápsulas se aplican a fibras de tal forma que se produce una liberación lenta de productos tales como fragancias, productos antimicrobianos, insecticidas, antioxidantes, vitaminas, o se pueden usar como materiales tales como pigmentos termocrómicos, que cambian de color cuando se calientan, o como "materiales de cambio de fase" (MCF), que transmiten control/aislamiento térmico.

Antecedentes de la invención

15 La forma en la que las microcápsulas se unen a fibras es normalmente mediante aglutinantes que cubren todo el área de las fibras y las microcápsulas.

20 Normalmente, las microcápsulas de liberación controlada se aplican con aglutinantes sobre la superficie de telas o tejidos de tal forma que la ruptura por fricción libera de esta forma el producto, ya sea una fragancia, antimicrobianos, repelente de insectos, antioxidante o vitaminas.

25 Los pigmentos termocrómicos también se aplican de esta forma. El MCF necesita un material más grueso para que pueda actuar eficazmente como material aislante o regulador de la temperatura. La aplicación de las microcápsulas a fibras con aglutinantes se describe en la patente de Estados Unidos 5 366 801. La patente WO 0 212 607 describe una aplicación a bandas de fibras donde las microcápsulas de MCF se encuentran completamente en el interior del aglutinante y el aglutinante forma una película en la intersección de las fibras.

30 La patente US 4 774 133 describe la incorporación de microcápsulas a artículos textiles con una película termoplástica que se aplica con calor y presión.

Esta aplicación de aglutinante significa que se forma una película entre las fibras, que dificulta la permeabilidad al aire y al vapor, y por tanto la transpiración corporal.

35 El documento GB 1 390 939 divulga un proceso para producir fibras textiles que comprenden microcápsulas contenidas en dichas fibras, midiendo en primer lugar dichas microcápsulas en un fundido de material textil seguido por el hilado de dichas fibras. Las microcápsulas del documento GB 1 390 939 tienen doble pared, siendo la cara interna de poliestireno y siendo la capa externa de poliamida.

Sumario de la invención

40 La invención proporciona un proceso tal como se define, pero en la reivindicación independiente, y los rasgos preferidos en la reivindicación dependiente.

45 La presente invención consiste en la aplicación de microcápsulas individuales a fibras, siendo la pared externa de las microcápsulas termoplástica. De esta forma, no se forma ninguna película, y la permeabilidad al aire y al vapor no se ve alterada significativamente, como en el caso de una película de aglutinante entre las fibras.

50 El aglutinante o la película también hace que el material sea menos flexible, con peor caída, lo que es importante para aplicaciones tales como algunas prendas de vestir y edredones, por ejemplo. Con las microcápsulas individuales fusionadas sobre las fibras, la flexibilidad y caída del material no se ven tan afectadas.

55 Con estas nuevas microcápsulas, la pared externa se funde en las fibras textiles, fabricadas en forma de hilo, tejido o tela no tejida, calentando hasta la temperatura de reblandecimiento o hasta la temperatura de fusión de la pared termoplástica.

Breve descripción de los dibujos

60 Se muestran en los dibujos las diferentes posibilidades de la unión mediante la fusión entre las microcápsulas y las fibras:

La Figura 1 representa fibras o filamentos fundidos junto con microcápsulas con una pared externa termoplástica.

65 La Figura 2 representa fibras o filamentos bicomponentes fundidos junto con microcápsulas con una pared externa termoplástica.

Descripción detallada de la invención

Las microcápsulas de la presente divulgación, es decir, las microcápsulas de doble pared, también denominadas en el presente documento como microcápsulas bicomponentes, tienen una pared externa termoplástica. La pared

5 externa está compuesta de un polímero termoplástico tal como polietileno, polipropileno, poliamida, poliéster, poliestireno, poliacrilatos, poli(metacrilato de metilo), poliuretanos, policarbonatos o cualquier otro polímero termoplástico, o copolímeros de estos polímeros.

Las paredes exteriores anteriormente mencionadas de las microcápsulas se funden en el interior de las fibras

10 textiles, fabricadas en forma de hilo, tejido o tela no tejida, calentando hasta la temperatura de reblandecimiento o hasta la temperatura de fusión de la pared termoplástica.

También se puede aplicar presión para ayudar en la fusión de las microcápsulas junto con las fibras.

Las microcápsulas anteriormente mencionadas se pueden aplicar a las fibras mediante calentamiento de la

15 estructura fibrosa que contiene las microcápsulas, en un equipo de aprestado o calandrado con rodillos calientes, a una temperatura que debería estar por encima de la temperatura de reblandecimiento de las paredes exteriores termoplásticas de las microcápsulas y/o las fibras.

La temperatura y la presión aplicada a las microcápsulas pueden variar, dependiendo del polímero que constituye la

20 pared externa de la fibra o las microcápsulas. Los materiales termoplásticos tienen generalmente una temperatura de transición a la cual el material cambia de un estado vítreo (vidrio) a un estado que es viscoelástico, en el que el material se comporta más bien como un fluido viscoso. Esta temperatura ("temperatura de transición vítrea") depende de varios factores tales como la estructura del polímero, su peso molecular, y la presencia de aditivos tales

25 como plastificantes.

Las fibras también pueden ser bicomponentes, con una pared externa más blanda y el núcleo, que sería de un

30 polímero con una temperatura de fusión más alta que la de la pared externa y por encima de la temperatura de procesamiento utilizada para la fusión de las paredes de las microcápsulas con la pared externa de las fibras. Un ejemplo de fibras bicomponentes es el utilizado en las bandas de fibras no tejidas, unidas entre sí por un proceso denominado "unión térmica". Otro ejemplo son los filamentos continuos termoplásticos utilizados en los materiales no tejidos "unidos por hilado".

El sustrato textil (conjunto fibroso) compuesto por fibras y microcápsulas conectadas entre sí únicamente por los

35 puntos de contacto de sus paredes, no requiere ningún aglutinante para unir microcápsulas y fibras. Esto tiene varias ventajas relativas con respecto a los materiales en los que hay aglutinantes, concretamente, que los aglutinantes son térmicamente conductores y disminuyen la resistividad térmica del conjunto fibroso, mientras que, si queda más cantidad de aire atrapado entre las fibras, como en el caso de las microcápsulas fusionadas a las fibras, la resistividad del conjunto fibroso sigue siendo prácticamente la misma que sin las microcápsulas. Los aglutinantes

40 usados para fijar las fibras a bandas no tejidas tienen una conductividad térmica mayor que el aire entre las fibras, lo que es contraproducente para el objetivo de dichos tejidos, que es proporcionar aislamiento térmico. Este es el motivo por el que conjuntos fibrosos en los que las fibras están fusionadas entre sí (unión térmica) con una mejor alternativa, como se reivindica en la patente de Estados Unidos 5 437 909. En el caso de los aglutinantes con materiales no tejidos con microcápsulas de MCF, materiales de cambio de fase, es necesario un exceso de

45 aglutinante para fijar las microcápsulas a las fibras. Los materiales de cambio de fase se utilizan en bandas no tejidas para regular la temperatura del cuerpo en artículos tales como abrigos de invierno, ropa deportiva para el montañismo y el esquí, así, es aconsejable que las propiedades de aislamiento térmico estético de las bandas no tejidas se mantengan inalteradas.

Los materiales de cambio de fase, o MCF, son materiales que cambian la fase de sólido a líquido y de líquido a

50 sólido, con la particularidad de absorber grandes cantidades de energía cuando cambia de sólido a líquido, liberando esta energía cuando vuelve a cambiar de líquido a sólido. Su capacidad para retener energía entre los cambios de fase también se puede usar como control de la temperatura, entre límites predefinidos, en prendas de invierno y calzado, manteniendo las temperaturas entre 26 y 29 °C, que son los límites de confort para el cuerpo humano. El MCF debe estar incluido en recipientes o cápsulas, para evitar que el MCF se disemine por el tejido. Cuando se

55 aplica a materiales flexibles como telas o cuero, el MCF se debería aplicar en la forma de microcápsulas, microcápsulas MCF, de forma que se disperse por todo el material de forma homogénea y con cobertura máxima, como se describe en las patentes de Estados Unidos US 5366 801 y US 6 207 738. Otra alternativa es introducir la microcápsulas de MCF en las fibras durante su producción, como se describe en las patentes de Estados Unidos US

60 4 756 958 y US 5 885 475 o para introducir el MCF en el interior de fibras huecas como se describe en la patente de Estados Unidos US 4 871 615. Dado que la aplicación de las microcápsulas de MCF a los tejidos no es muy eficaz, ya que es difícil fijar suficientes microcápsulas sobre el tejido, el exceso de microcápsulas se elimina fácilmente durante el lavado y el desgaste, las microcápsulas de MCF generalmente se aplican sobre espuma, hecha por lo

65 general de poliuretano, o sobre materiales no tejidos, donde se fijan a las fibras mediante aglutinantes, como se describe en la patente de Estados Unidos US 581/338. Estos materiales que contienen microcápsulas se incorporan a continuación a prendas deportivas de invierno o a calzado deportivo. También se pueden incorporar a materiales

compuestos tales como los que se describen en la patente de Estados Unidos 6 004 662. La patente WO 0 226 911 describe una aglomeración de microcápsulas de MCF en macrocápsulas de gel reticulado. Estas cápsulas tienen un tamaño mínimo de 1000 micrómetros y no se consideran microcápsulas, sino que se clasifican como macrocápsulas. Se fijan sobre las fibras con aglutinantes. Se describe en la patente WO 0 224 789, se describe un método de incorporación de microcápsulas a polímeros, que a su vez se convierten en fibras o esferas.

Las microcápsulas de MCF están fabricadas por el momento de polímeros de urea, o derivados de urea y formaldehído, o están hechas de polímeros de melamina-formaldehído. Una desventaja de las paredes fabricadas con estos polímeros, especialmente en polímeros de melamina-formaldehído, que son porosas e higroscópicas, lo que puede ser un problema cuando se dispersan en aglutinantes acuosos o en espuma, tal como la espuma de poliuretano.

Esto no sucede con las microcápsulas de la presente divulgación, que tiene una segunda pared termoplástica, convirtiéndolo en especialmente adecuado para mezclarlo con revestimientos poliméricos o espumas.

Otro problema asociado con la porosidad es que, en su interior, el MCF se puede evaporar a través de los poros cuando las microcápsulas se calientan por encima del punto de ebullición del MCF, o se pueden extraer mediante la adición de disolventes.

Esto no sucede con las microcápsulas de la presente divulgación, que tienen una segunda pared termoplástica.

Una desventaja del polímero que está hecho de formaldehído es que se puede liberar el formaldehído libre en condiciones de humedad hacia la atmósfera o sobre la piel.

Los aglutinantes suelen ser aglutinantes acrílicos o de poliuretano, pero podrían tener una pequeña cantidad de formaldehído con fines de reticulación. El formaldehído produce irritación e inflamación en la nariz y los ojos y, en elevadas cantidades o con exposición repetida, es tóxico, y se sospecha que sea carcinógeno. Por tanto, está sometido a límites muy estrictos.

Con la segunda pared propuesta en la presente patente, el formaldehído está incluido en el interior de esta segunda pared.

La patente de Estados Unidos US 6 080 418, describe microcápsulas que revestidas para su aplicación a plantas y animales mediante pulverización. No se menciona su aplicación a fibras y no se aplican mediante fusión térmica sobre la pared con el sustrato.

En la presente divulgación, las microcápsulas de MCF tienen una pared externa compuesta de polietileno, polipropileno, poliamida, poliéster, poliestireno, poli(acrilato de metilo), poliuretanos o cualquier otro polímero termoplástico, o copolímeros de estos polímeros. Para una mayor resistencia de las microcápsulas, deberían estar en una pared interna de un material no termoplástico o un material con una TG, temperatura de transición vítrea, y un punto de fusión más elevado que la temperatura utilizada para reblandecer o fundir la pared externa.

Para la pared interna, se pueden usar polímeros de tipo urea-formaldehído o melamina-formaldehído, y para la pared externa se puede usar un polímero termoplástico.

El proceso de microencapsulación de partículas sólidas en este caso se denomina normalmente como recubrimiento, ya que, de hecho, la capa que resulta de este proceso lo es. El polímero utilizado para recubrir las microcápsulas de tipo urea-formaldehído o melamina-formaldehído tipo microcápsulas es un polímero termoplástico. Uno de los métodos de microencapsulación es una técnica de separación de fases. Para un material núcleo soluble o miscible en agua, el proceso de separación de fases implica generalmente la técnica de dispensar el material del núcleo sólido del tamaño de partícula deseado o una solución o suspensión acuosa en un material de recubrimiento polimérico disuelto en un disolvente orgánico. El material polimérico se deposita a continuación sobre el material de núcleo mediante la precipitación gradual del polímero. Esto se consigue tanto mediante el uso de precipitantes, por cambios en la temperatura, o por eliminación del disolvente por dilución o destilación. Un ejemplo de este proceso es el descrito en la patente de los Estados Unidos n.º 4 166 800 de Fong. En esta patente, el polímero se precipita mediante un agente de separación de fases, un no disolvente para el polímero. El recubrimiento se puede formar mediante polimerización de un prepolímero alrededor del núcleo sólido como se menciona en la patente EP 1 088 584, que describe la polimerización de un prepolímero de melamina-formaldehído sobre una partícula sólida.

El prepolímero puede estar constituido, en este caso, por los monómeros que constituyen los polímeros termoplásticos anteriormente mencionados. Estos monómeros experimentan polimerización alrededor de las microcápsulas de urea-formaldehído o melamina-formaldehído, que constituye de esta forma una segunda pared termoplástica.

5 El polímero termoplástico de unión entre las microcápsulas y las fibras deberá ser resistente al lavado con agua o para la limpieza en seco, para que pueda durar más tiempo durante la vida del artículo textil. Los artículos adecuados para la aplicación de microcápsulas con paredes exteriores termoplásticas son bandas no tejidas usadas en prendas de invierno o deportivas, y en edredones. En los edredones, las fibras deberían estar compuestas preferentemente de las fibras bicomponentes unidas térmicamente.

10 Estas también se pueden aplicar, por ejemplo, sobre un material no tejido unido por hilado menos voluminoso que se puede usar junto con la banda como una alternativa a la aplicación directa de la microcápsulas de MCF a la banda. El material no tejido unido por hilado se colocaría en el lado más cercano al cuerpo, de forma que las microcápsulas de MCF estén cerca del cuerpo. Los materiales no tejidos unidos por hilado se pueden usar por sí mismos en varias capas, en artículos cuyo volumen no es importante pero tampoco deseable.

15 La pared externa también se puede fundir con una espuma o recubrimiento constituido por material termoplástico, facilitando la aplicación de un proceso "fundido en caliente".

Como puede verse en los dibujos incluidos en el presente documento, la figura 1 representa fibras no termoplásticas o filamentos continuos (1), con microcápsulas bicomponentes (2) con una pared externa termoplástica (3) externa.

20 La Figura 2 representa fibras bicomponentes o filamentos continuos (4) con paredes termoplásticas exteriores (5), con cápsulas termoplásticas bicomponentes (6) con paredes termoplásticas exteriores (7).

Ejemplo

25 1 Kg de microcápsulas de materiales de cambio de fase con una pared de melamina-formaldehído se dispersó en 10 litros de agua y se añadieron 5 kg de estireno junto con 100 g de peróxido de benzoilo. La mezcla se calentó hasta una temperatura entre 50 °C y 100 °C y se dejó reaccionar durante un periodo entre 20 minutos y 2 horas. A continuación se filtró y se dejó secar a una temperatura de 60 °C.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para adherir microcápsulas a una superficie exterior de fibras textiles, estando las fibras en forma de un hilo, un tejido o una tela no tejida, comprendiendo cada microcápsula una pared interna de polímero y una pared externa de polímero, siendo la pared externa de polímero termoplástica, comprendiendo el proceso:
- 10 poner en contacto el hilo, el tejido o la tela no tejida con las microcápsulas, y **caracterizado por** el calentamiento de las microcápsulas hasta al menos una temperatura de reblandecimiento de la pared externa termoplástica por lo que la pared externa termoplástica de las microcápsulas se fusiona con la superficie externa de las fibras textiles de hilo, tejido o tela no tejida.
- 15 2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que también se aplica presión, que colabora de esta forma en la fusión de las microcápsulas y las fibras entre sí.
3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que la pared externa termoplástica se fusiona con una espuma o un recubrimiento termoplásticos.
- 20 4. Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación anterior en el que la pared externa es un polímero termoplástico seleccionado entre el grupo que consiste en polietileno, polipropileno, poliamida, poliéster, poliestireno, poliacrilato, poli(metacrilato de metilo), poliuretano, policarbonato y copolímeros de estos polímeros.
- 25 5. Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación anterior en el que la pared polimérica interna está constituida por: a) un polímero de melamina-formaldehído; o b) urea, o un derivado de urea, y un polímero de formaldehído, opcionalmente en el que el glioxal sustituye parcialmente al formaldehído como agente reticulante en a) o b).

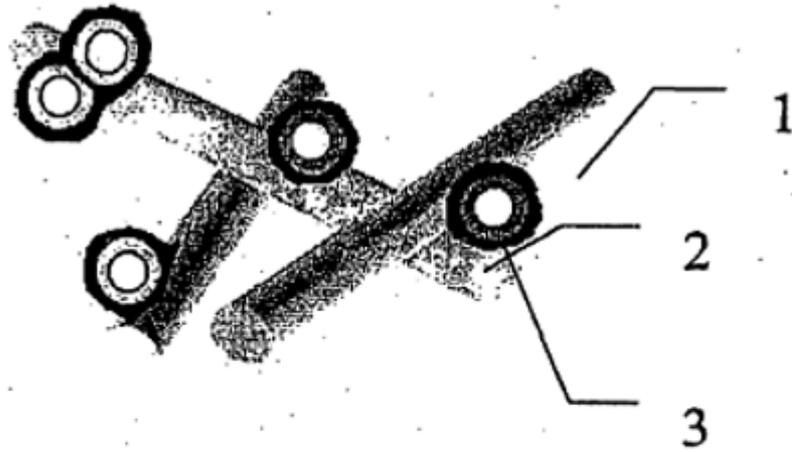


Figura 1

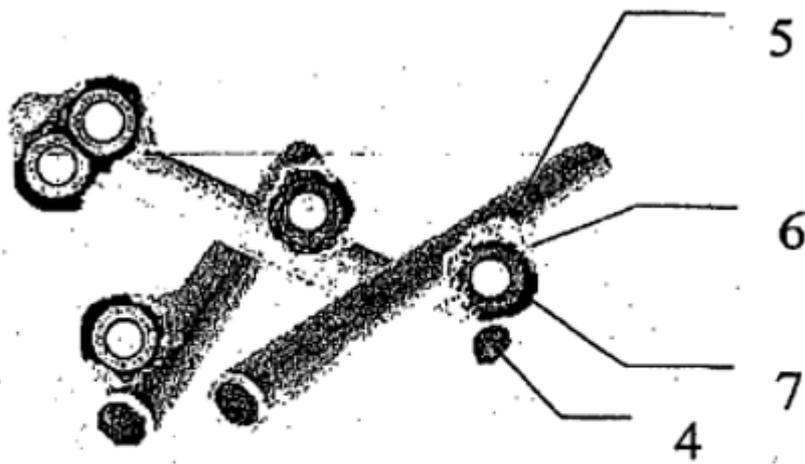


Figura 2