

INFORME DE RESULTADOS

PROGRAMA DE PROYECTOS DE I+D EN COLABORACIÓN

ACRÓNIMO	COSMETOSUP II
TÍTULO DEL PROYECTO	TECNOLOGÍA DE FLUIDOS SUPERCRÍTICOS APLICADA EN LA INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO DE COSMETOTEXTILES MULTIFUNCIONALES DERIVADOS DE PRODUCTOS AUTÓCTONOS DE LA COMUNIDAD VALENCIANA

1. **Objetivo.**

El proyecto COSMETOSUP II responde de forma clara a una parte de los objetivos generales y específicos considerados en las prioridades que alinean los tres ejes prioritarios señalados en la estrategia RIS3 (Research and Innovation Smart Specialization Strategy) de la Comunidad Valenciana según la estructura aprobada en calidad de vida, producto innovador y procesos avanzados de fabricación y el eje transversal (eje de sostenibilidad).

El objetivo del proyecto COSMETOSUP II ha sido el desarrollo de cosmetotextiles multifuncionales basados en la utilización de determinados principios activos derivados de especies vegetales de la Comunidad Valenciana (C.V.) y la utilización de tecnologías limpias tales como la extracción e impregnación supercríticas para configurar nuevos procesos de fabricación de bienes de consumo evitando las desventajas de los actuales procesos de acabado textiles, con un considerable impacto medioambiental.

A continuación se enumeran los principales retos científico-técnicos considerados en el marco de esta Iniciativa:

- Investigación en la definición de nuevos procesos de extracción supercrítica para la obtención de extractos naturales con potencial utilidad para la industria cosmetotextil por sus características multifuncionales.
- Investigación del proceso de aprovechamiento de especies vegetales autóctonas de la Comunidad Valenciana en el proceso de obtención de textiles multifuncionales con propiedades cosméticas de alto valor añadido.
- Investigación de procesos de fabricación de sustratos textiles con distintas estructuras utilizables como base de productos cosmetotextiles a partir de biofibras y residuos vegetales funcionales.
- Investigación del proceso de funcionalización de tejidos de uso cosmético en base a la impregnación en condiciones supercríticas de principios activos sobre los sustratos textiles anteriormente señalados.
- El presente proyecto comprende además el estudio de caracterización de los materiales funcionales objeto de investigación con el fin último de disponer de una adecuada validación de las propiedades cosmético-terapéuticas de los mismos.
- Finalmente, se debe indicar que la Iniciativa COSMETOSUP II persigue una adecuada transferencia tecnológica desde los Institutos Tecnológicos promotores (AITEX y AINIA) hacia aquellos sectores económicos potencialmente interesados en los resultados alcanzados: sector agrícola-forestal, sector alimentación, sector médico-sanitario, sector cosmético, sector biotecnológico, sector textil e industria química.

El presente proyecto resulta de interés en diferentes sectores industriales de la C. V.: en primer lugar, se tiene al sector agroindustrial y biotecnológico como fuentes de los principios activos o derivados de los mismos a implementar en el marco del proyecto; las industrias química y textil serán las encargadas de aportar las tecnologías de fabricación de sustratos textiles y del proceso de impregnación en condiciones supercríticas; finalmente, el sector cosmético-sanitario será el ámbito receptor de los productos con marcado carácter innovador derivados del proyecto COSMETOSUP II.

La generación de cosmetotextiles de alta calidad, acordes a las demandas actuales de los consumidores de productos seguros, naturales y amigables con el medio ambiente, requiere que estas premisas se cumpla en los procesos tecnológicos implicados, entre los que cabe destacar: la obtención de las sustancias bioactivas que proporcionan los efectos cosméticos y la impregnación de las sustancias bioactivas libres sobre los sustratos textiles para la

generación posterior de los productos cosmetotextiles finales como alternativa a la impregnación tradicional de sustancias microencapsuladas.

Aprovechando las oportunidades que brinda la tecnología de fluidos supercríticos (FSC's), se ha contemplado la extracción supercrítica de sustancias con propiedades bioactivas aptas y su posterior aplicación sobre materiales textiles a través de impregnación supercrítica directa, como alternativa a los acabados textiles tradicionales, que pueden implicar sustancias auxiliares y operaciones adicionales como la microencapsulación. La adecuada combinación de la selección de los sustratos textiles, de los principios bioactivos y las condiciones de operación en medio supercrítico han condicionado las características funcionales de los productos objetivo.

La impregnación de materiales ha despertado interés para conseguir materiales con prestaciones más avanzadas. En el sector cosmético, esta estrategia puede servir para conseguir generar productos como apósitos, textiles compresivos, mallas, toallitas desechables, etc. con características multifuncionales de interés en la mejora de la calidad de la piel del paciente: efecto hidratante, capacidad cicatrizante, comportamiento regenerante de heridas, firmeza, elasticidad, relajación muscular, activación del riesgo sanguíneo, etc.

La mayoría de técnicas de impregnación actuales implican el uso de grandes cantidades de agua o sustancias auxiliares de cierta toxicidad, con el consiguiente impacto sobre la salud humana y el entorno (además de los costes de depuración). La impregnación con FSC's se presenta como una alternativa muy interesante por las propiedades físico-químicas que poseen: una difusividad similar a la de gases y una alta densidad, cercana a los líquidos. Esto ha propiciado su uso en diversos procesos, principalmente extractivos (especialmente con CO₂ por sus ventajas adicionales frente a otros FSC's). Otros procesos no extractivos han sido estudiados en los últimos años, especialmente relacionados con la tecnología de partículas y la ciencia de materiales. Por ejemplo, se han desarrollado procesos patentados para obtención de micropartículas (Jung y Perrut, 2001) o de impregnación de maderas con fungicidas (Iversen S.B., et al., 2003), que se han implementado con éxito a escala industrial. Sin embargo, en otros casos como el de la impregnación de materiales textiles, los estudios son muy recientes y escasos, reforzando el carácter innovador del proyecto COSMETOSUP II.

La presente Iniciativa ha sido un proyecto en colaboración entre AITEX - Instituto Tecnológico Textil y el Centro Tecnológico AINIA.

Las actividades que se han realizado en el marco de este proyecto han tenido un claro carácter no económico ya que no se ha recibido ninguna contrapartida económica por parte de ninguna empresa. Asimismo, no ha habido beneficio económico de los resultados de proyecto para ninguna empresa o grupo reducido de empresas.

Las actividades realizadas en el proyecto se han difundido con carácter abierto, con el propósito de dar a conocer los resultados al público, en general, y a las empresas, en particular.

Con el desarrollo de este proyecto y su posterior transferencia, se contribuye a la mejora de la competitividad del tejido industrial tanto a nivel de la Comunidad Valenciana, como a nivel nacional y en el área de la Unión Europea. Específicamente, los resultados obtenidos en este proyecto permiten la obtención de sustancias multifuncionales de aplicación cosmética a partir de matrices naturales, la fabricación de sustratos textiles no tejidos aptos para cosmetotextiles y la incorporación en cosmetotextiles mediante impregnación supercrítica de sustancias

activas para proporcionar oportunidades de mejora de productos de industrias cosméticas y textiles principalmente, pero también otras como agroalimentarias, químicas, etc.

2. Resultados obtenidos.

El objetivo principal de este proyecto de investigación ha sido el desarrollo de una metodología ecológica y sostenible de funcionalización de tejidos mediante técnicas de impregnación supercrítica, aprovechando el potencial de determinados principios activos de origen natural derivados de especies vegetales autóctonas de nuestra región en el proceso de fabricación de textiles con aplicaciones cosméticas y/o terapéuticas.

Mediante el desarrollo del proyecto COSMETOSUP II se han alcanzado los siguientes resultados:

- Procesos sostenibles de impregnación supercrítica de sustancias multifuncionales seleccionadas para la funcionalización de cosmetotextiles de forma segura, robusta, ecoeficiente y sostenible.
- Procesos sostenibles de obtención de agentes multifuncionales naturales de utilidad cosmética mediante extracción supercrítica.
- Procesos de fabricación de sustratos textiles mediante diferentes tecnologías utilizables como base de productos cosmetotextiles.
- Validación de los cosmetotextiles desarrollados a partir de la impregnación supercrítica de no tejidos funcionales.
- Análisis de la viabilidad técnico-económica de los procesos de generación de los sustratos textiles, de la obtención de extractos supercríticos y de impregnación supercrítica.
- Protección mediante un modelo de utilidad de no tejidos wet laid desarrollados a partir de biofibras funcionales
- Soporte tecnológico a empresas de sectores estratégicos y/o con problemas estructurales, principalmente en el contexto de sectores cosmético/textil/agrario, mediante la divulgación y/o transferencia de los resultados del proyecto.
- Refuerzo de las sinergias establecidas en colaboraciones anteriores entre las entidades participantes (AINIA y AITEX), aprovechando el “know-how” respectivo en su campo de actuación y apalancamiento tecnológico y estratégico de las capacidades de ambos centros respecto a sus competidores directos en el ámbito nacional e internacional.

En cuanto a la tecnología de fluidos supercríticos, a lo largo del proyecto COSMETOSUP II se ha podido constatar su potencial para la fabricación de materiales cosmetotextiles en dos vertientes complementarias, la extracción supercrítica y la impregnación supercrítica.

La **extracción con CO₂ supercrítico se ha confirmado como una tecnología viable para la obtención de fracciones de interés multifuncionales para el uso en cosmetotextiles**, de acuerdo a los resultados de las investigaciones realizadas en la segunda anualidad. Los resultados obtenidos han permitido obtener datos de proceso relevantes para definir procesos sostenibles de obtención de agentes multifuncionales naturales de utilidad cosmética, como por ejemplo extracto de romero o de rosa mosqueta. Asimismo, se han generado muestras de extractos en cantidades superiores, que han sido fundamentales para abordar las investigaciones en procesos como el de impregnación supercrítica. En el COSMETOSUP II se ha logrado la validación en un entorno relevante, alcanzándose el nivel de madurez tecnológico asociado previsto (TRL5).

Por otro lado, en proyecto COSMETOSUP II **se ha confirmado la viabilidad de la impregnación supercrítica en la fabricación de cosmetotextiles para incorporar sustancias bioactivas**. El estudio del comportamiento de los sustratos textiles en contacto con CO₂ supercrítico ha

llevado a confirmar la aptitud de diversos materiales para la fabricación de cosmetotextiles empleando esta tecnología. Esta conclusión ha permitido obtener diversas probetas de materiales cosmetotextiles funcionalizados mediante **la impregnación supercrítica con sustancias activas multifuncionales** como extracto de romero o extracto de rosa mosqueta. La caracterización de las propiedades de probetas funcionalizadas con rosa mosqueta mediante extracción supercrítica ha llevado a constatar efectos positivos sobre la piel atribuibles a la incorporación de esta sustancia multiactiva como, una menor pérdida de agua de la piel (es decir, una mejora en la función barrera de la piel y/o una regeneración dérmica) y una mejora en la elasticidad. Estas propiedades que se asocian al aceite de rosa mosqueta se han manifestado en las probetas funcionarizadas mediante impregnación supercrítica, lo que avala la capacidad de esta tecnología para vehicular sustancias activas sin perjudicar sus propiedades. El conjunto de los resultados, incluyendo el estudio de la viabilidad técnico-económica, ha llevado a identificar el proceso de impregnación supercrítica como una alternativa atractiva para incorporar sustancias bioactivas a productos cosmetotextiles. Mediante el proyecto COSMETOSUP II se ha alcanzado una madurez tecnológica que se ha situado entre el TRL4 y el TRL5, de acuerdo a lo previsto.

En cuanto a los cosmetotextiles desarrollados se ha realizado un resumen general del comportamiento de los no tejidos en cuanto a propiedades funcionales. Cabe destacar que durante la ejecución del proyecto se han ido descartando no tejidos, y seleccionando aquellos que mejor comportamiento físico-mecánico e incluso mejor efecto antimicrobiano presentaban, para proceder a la impregnación supercrítica con principios activos funcionales. Concretamente, las muestras evaluadas en cuanto a sus propiedades funcionales han sido probetas de no tejidos impregnadas con rosa mosqueta, cuyo aceite se considera de interés para aplicaciones cosméticas especialmente por sus propiedades de mejora de la firmeza, elasticidad, Finalmente y tras el análisis de las muestras, se ha realizado una comparativa teniendo en cuenta diferentes aspectos:

- Pérdida de agua transepidérmica

Medición mediante Tewameter® mide la Pérdida Insensible en Agua (P.I.E. o T.E.W.L. - Trans Epidermal Water Loss), expresada en $g/m^2 \cdot h$, comprende el vapor de agua evaporado en la piel. Una disminución en este parámetro nos muestra una menor pérdida de agua de la piel, es decir, una mejora en la función barrera de la piel y/o una regeneración dérmica.

Influencia de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta: Si se compara la pérdida de agua entre muestras funcionalizadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y muestras sin funcionalizar, los resultados son mejores en aquellas muestras impregnadas con rosa mosqueta en medio supercrítico ya que la reducción en la pérdida de agua transepidérmica fue mucho mayor. Mientras los sustratos no tejidos dieron lugar a aumentos en la pérdida de agua transepidérmica respecto a un placebo, la influencia de sustancias extraídas e impregnadas con CO₂ supercrítico llevo no sólo a compensar ese comportamiento sino a llevar pérdidas de agua inferiores a las de dicho placebo. Por tanto se concluye que la aplicación de de rosa mosqueta mediante CO₂ supercrítico sobre los no tejidos proporciona a los cosmetotextiles una funcionalidad positiva respecto a la pérdida de agua transepidérmica.

- Efecto hidratante

Medición mediante Corneometer® donde se determina el estado de hidratación de las capas superiores de la epidermis obteniendo valores de capacidad eléctrica en unidades arbitrarias (u.a.). Un aumento de este parámetro significa un aumento en la hidratación de la piel. Las

mediciones se han realizado a T0 y T24, y en todos los casos se observa un aumento del efecto hidratante.

Influencia del proceso de calandrado en los no tejidos: Si se compara el efecto hidratante entre muestras calandradas y sin calandrar, no se observan diferencias significativas, y por tanto se concluye que el proceso de calandrado no afecta al efecto hidratante de las muestras.

Influencia de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta: Si se compara el efecto hidratante entre muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y con muestras sin tratar, los resultados de efecto hidratante disminuyen. No obstante, puesto que ambos tipos de muestra (no tejidos sin y con rosa mosqueta) condujeron a niveles de hidratación superiores al placebo y que la funcionalización con rosa mosqueta normalmente tiene por objetivo otras funcionalidades intrínsecamente vinculadas a las propiedades atribuidas a su aceite, se considera que la impregnación supercrítica en sí puede ser un método apropiado para incorporar sustancias multifuncionales manteniendo parte del efecto hidratante asociado a la composición del sustrato.

- Elasticidad

Medición mediante Cutometer®, parámetro R6, Porción de la viscoelasticidad con respecto a la parte elástica de la curva. Una disminución en este parámetro nos indica una mayor elasticidad de la piel.

Influencia del proceso de calandrado en los no tejidos: Si se compara la elasticidad entre muestras calandradas y sin calandrar, los resultados son peores en aquellas muestras calandradas ya que la reducción es menor. Por tanto se concluye que el proceso de calandrado sí que afecta de forma negativa en esta propiedad de los no tejidos.

Influencia de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta: Si se compara la elasticidad entre muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y con muestras sin tratar, los resultados mejoran significativamente en aquellas muestras impregnadas con rosa mosqueta en medio supercrítico ya que la reducción de la viscoelasticidad es mucho mayor y por tanto, aumenta la elasticidad. Además, mientras los sustratos no tejidos llevaron a aumentos de la viscoelasticidad respecto al placebo, las muestras funcionalizadas con rosa mosqueta mitigaron en unos casos ese aumento hasta prácticamente no generar efecto y en otros, llevaron a reducciones significativamente más altas que las del placebo. Por tanto se concluye que el tratamiento de impregnación supercrítica de los no tejidos con rosa mosqueta permite dotar de capacidades de mejora de la elasticidad de la piel a cosmetotextiles.

- Firmeza

Medición mediante Cutometer®, parámetro R0, Amplitud máxima de la curva descrita tras la succión realizada por la sonda Cutometer®. Una disminución en este parámetro nos indica un aumento en la firmeza de la piel. Se observa una mejor firmeza en todos los casos analizados sin excepción.

Influencia del proceso de calandrado en los no tejidos: Si se compara la firmeza entre muestras calandradas y sin calandrar, los resultados son peores en aquellas muestras calandradas ya que la reducción es menor. Por tanto se concluye que el proceso de calandrado sí que afecta de forma negativa en esta propiedad de los no tejidos.

Influencia de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta: Si se compara la firmeza entre muestras impregnadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y muestras sin tratar, los resultados son peores en aquellas muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico ya que la reducción es menor. Esta reducción se produjo en un grado distinto del tipo de muestra de no tejido, dado que se mantuvo un efecto superior al del placebo en un caso mientras que en otro se obtuvo un valor inferior a dicho placebo. Por tanto se concluye que la aplicación de rosa mosqueta mediante CO₂-SC sí que afectó de forma negativa en esta propiedad de los cosmetotextiles no tejidos.

- Actividad antibacteriana

Influencia del tipo de biofibra utilizada para la fabricación de no tejidos: La actividad antibacteriana de los no tejidos, se ha analizado sobre muestras formadas por fibras de quitina, Seacell y Smartcel. Los resultados antibacterianos son positivos para las muestras de Seacell y Smarcel, siendo negativos para las muestras formadas por quitina

Influencia del proceso de calandrado en los no tejidos: La actividad antibacteriana de los no tejidos, se ha analizado sobre muestras calandradas y sin calandrar. Los resultados antibacteriano no varían y por tanto se concluye que el proceso de calandrado no afecta a esta propiedad.

Influencia del tratamiento de las muestras en medio supercrítico: La actividad antibacteriana de los no tejidos, se ha analizado sobre muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y con muestras sin tratar. Los resultados antibacteriano no varían y por tanto se concluye que el tratamiento con rosa mosqueta en condiciones supercríticas no afecta a esta propiedad, atribuible a las características intrínsecas del sustrato no tejido.

Por tanto, la impregnación supercrítica constituye una alternativa tecnológica viable para proporcionar a materiales cosmetotextiles funcionalidades asociadas a la naturaleza de la sustancia multifuncional con la que se desea funcionalizar (por ejemplo, mejora de la elasticidad o reducción de la pérdida de agua transepidermica u otras no estudiadas como la capacidad regenerante) sin afectar negativamente a funcionalidades ligadas a la naturaleza del sustrato textil (como en el caso de la actividad antimicrobiana) o manteniendo al menos parcialmente el efecto (como en el caso de la hidratación).

La iniciativa COSMETOSUP II combina intereses para sectores industriales maduros, como es el caso del sector textil, y de mercados en notable pujanza como son los ámbitos de la biotecnología, la agricultura sostenible y las nuevas tecnologías de extracción e impregnación basadas en la utilización de fluidos supercríticos.

Paquete de trabajo Nº	1	Fecha de comienzo: 01/2016	Fecha de fin: 12/2016
Acrónimo participante responsable de este paquete de trabajo:	AITEX		
Acrónimos otros participante en este paquete de trabajo:	AINIA		
TRL asociado/s al PT	No procede. Coordinación.		
Título del paquete de trabajo	Coordinación y seguimiento de actividades		

Objetivos:

Tal y como se actuó en la primera anualidad, el presente paquete de trabajo ha tenido como principal objetivo garantizar una adecuada coordinación técnica de las actividades previamente establecidas así como de todas aquellas nuevas actividades que se han considerado de interés para alcanzar los objetivos del proyecto.

Descripción del trabajo (tareas):

Esta actividad ha sido ejecutada principalmente por el Comité Directivo del Proyecto (CDP), compuesto por los investigadores indicados a continuación:

- Sagrario Gironés – Investigador Principal por parte de AITEX.
- Eduardo Fages – Responsable del grupo de Investigación de Materiales y Sostenibilidad (apoyo en la coordinación técnica de actividades por parte de AITEX).
- María Soler – Gestor Administrativo del proyecto por parte de AITEX.
- Antonio Tornero- Investigador Principal por parte de AINIA (hasta baja en la entidad)
- Elvira Casas – Responsable de la planta piloto de FSC e Investigador Principal por parte de AINIA (desde baja de Antonio Tornero).

Los miembros pertenecientes al CDP de cada beneficiario han sido los responsables de la supervisión y/o aprobación de los informes técnicos teniendo en cuenta además los gastos incurridos en la ejecución de los trabajos de investigación.

El CDP, presidido por el Instituto Tecnológico que hace las veces de Coordinador del proyecto (AITEX), ha tenido la responsabilidad de ejecutar el proyecto de acuerdo a las tareas previstas y simultáneamente supervisar los gastos financieros generados con motivo de dicha ejecución. Este conjunto de actividades llevadas a cabo ha permitido:

- Asegurar la ejecución adecuada del proyecto por todos los beneficiarios.
- Analizar los resultados obtenidos comparando con los resultados esperados.
- Aprobar los entregables técnicos derivados de la actividad del proyecto.
- Informar a IVACE de cualquier corrección eventual en el contenido técnico de la propuesta o en el proceso de justificación del presupuesto aprobado.

El proceso de supervisión de la ejecución técnica de los trabajos se ha realizado aprovechando el calendario de reuniones ajustado en función de la dinámica de progreso del proyecto con el fin de optimizar recursos técnico-económicos. Adicionalmente, estas reuniones se han planteado para consensuar entre las entidades participantes en el proyecto el conjunto de correcciones técnicas a acometer en caso de considerarse necesario. Igualmente, en estas reuniones se ha comentado la dimensión económico-financiera del proyecto, analizando el procedimiento para acometer dicha corrección e informar debidamente a IVACE de estas circunstancias.

Paquete de trabajo Nº	2	Fecha de comienzo: 01/2016	Fecha de fin: 12/2016
Acrónimo participante responsable de este paquete de trabajo:	AINIA		
Acrónimos otros participante en este paquete de trabajo:	AITEX		
TRL asociado/s al PT	No procede. Documental		
Título del paquete de trabajo	Estudio del estado de la tecnología		

Objetivos:

El segundo paquete de trabajo considerado en el marco de actuación del presente proyecto ha comprendido el estudio del estado del arte acerca de la implementación de la tecnología de fluidos supercríticos en el desarrollo de cosmetotextiles de alto valor añadido.

En este sentido, a lo largo de esta segunda anualidad se ha actualizado y ampliar la información recopilada durante 2015 especialmente en el ámbito de la tecnología de fluidos supercríticos y aquellos otros aspectos tecnológicos también necesarios para la generación de los cosmetotextiles, como la composición y características de los materiales no tejidos. De este modo se ha afianzado la base de conocimiento que ha permitido afrontar con garantías de éxito la presente iniciativa.

Descripción del trabajo (tareas):

Tal y como se actuó en la primera anualidad, para el correcto desarrollo de las tareas previstas en este paquete de trabajo, se han consultado diversas bases de datos de artículos entre las que cabe citar:

- ISI Web of Knowledge- Web of Science. Base de datos producida por ISI-Thomson, recoge referencias bibliográficas de más de 8000 publicaciones periódicas de ciencias, ciencias sociales y humanidades de ámbito internacional.
- ScienceDirect. Base datos creada por la editorial Elsevier, donde se recogen más de 25% de la producción mundial científica y técnica, siendo posible la consulta sobre un archivo histórico de más de 6.75 millones de artículos.

Las bases de datos especializadas en artículos de investigación representan una herramienta de gran utilidad para la identificación de las líneas de trabajo más interesantes y novedosas en el sector concreto en que se enmarca el presente proyecto. Por otro lado, las bases de datos de patentes constituyen una herramienta de gran utilidad a fin de conocer cuáles de las investigaciones pueden transferirse a corto-medio plazo al entramado industrial, identificando posibles aplicaciones en sectores diversos. Por ello, se han realizado búsquedas en bases de datos de patentes, por ser el punto donde se ven reflejadas muchas investigaciones punteras. Entre las bases de datos que se han consultado se encuentran las siguientes:

- OEPM. Contiene datos bibliográficos de documentos de Patentes y Modelos de Utilidad tramitados por el Estatuto de la Propiedad Industrial y por la nueva Ley de Patentes de 20 de marzo de 1986, así como las Patentes Europeas y las solicitadas vía PCT que designen a España. Incluye tanto las solicitudes de patentes como las concesiones de las mismas.
- esp@cenet. Bajo este nombre se engloba un servicio que contiene varias bases de datos que difieren en sus fuentes (oficinas nacionales y organizaciones internacionales) y en su cobertura.
- USPTO. (US Patent and Trademark Office). Base de datos de la oficina americana de patentes. Recoge patentes publicadas desde 1790, accesibles a texto completo desde

1976. Este fondo está constituido por unos 3.000.000 de patentes a texto completo y 4.000.000 de patentes (de 1790 a 1975) con datos bibliográficos.

En base a la metodología de trabajo anteriormente indicada, se indican a continuación las dos tareas específicas realizadas en el marco de actuación de este segundo paquete de trabajo:

Tarea 2.1.- Actualización de la información bibliográfica científico-técnica y comercial (AINIA, AITEX)

Se ha continuado con la revisión y análisis de la información disponible sobre los procesos involucrados en el proyecto. En concreto, por un lado se ha actualizado la información bibliográfica relativa a la obtención de principios activos de potencial aplicación en productos cosmetotextiles.

Por otro lado, se ha tenido en cuenta la información relativa a procesos de microencapsulación, con el fin de establecer las bases de partida para identificar un conjunto de alternativas apropiadas para la microencapsulación de sustancias funcionales con posible aplicación en productos cosmetotextiles.

Por otro lado, se ha tenido en cuenta la información relativa a productos comerciales que pudieran tener aplicaciones similares, para tenerlo en cuenta en función de las características de liberación y los recubrimientos y para la valoración de nuevas tecnologías de funcionalización como la impregnación supercrítica.

De un modo análogo, se ha actualizado la información correspondiente a la impregnación supercrítica prestando atención a los avances de la tecnología especialmente en aquellas aplicaciones con analogías con las especificidades para la generación de cosmetotextiles.

Igualmente, se ha procedido a la revisión y actualización de lo referente a la fabricación de sustratos textiles destinados a la generación de materiales cosmetotextiles de propiedades avanzadas. Concretamente se ha actualizado la información relativa a las tecnologías de obtención de no tejidos tanto por vía seca como por vía húmeda, y de tecnologías de desarrollo estructuras tejidas tanto de género de punto como de calada. Además, también se ha realizado una revisión de las fibras textiles con propiedades funcionales de carácter terapéutico así como un estudio que incluye la descripción y clasificación de los cosmetotextiles, señalando algún ejemplo de este tipo de productos existente en el mercado.

Las informaciones localizadas han ratificado las premisas de partida y las conclusiones derivadas de las informaciones localizadas en la actualización en la anualidad 2015. En el entregable E2.1 se recopilan las informaciones recopiladas en el proyecto.

Tarea 2.2.- Identificación y selección de especies vegetales autóctonas de la Comunidad Valenciana con capacidad de generar principios activos de interés (AINIA, AITEX)

En la primera anualidad se comenzó con la selección de un conjunto de sustancias susceptibles de emplearse como agentes bioactivos en cosmetotextiles, atendiendo a sus pros y contras. En este sentido, se ha valorado especialmente el proceso de obtención señalado en la bibliografía, especialmente si son de naturaleza GRAS, así como otros criterios técnicos y logísticos., entre los que se pueden indicar:

- Aptitud teórica como agente bioactivo cosmético.
- Viabilidad técnica para su incorporación, a escala de laboratorio, en cosmetotextiles.

- Viabilidad técnica para su incorporación, a escala industrial, en cosmetotextiles
- Estabilidad y fiabilidad de las propiedades funcionales a lo largo del tiempo.
- Reciclabilidad de materias primas y productos finales.

En la segunda anualidad, para la evaluación del comportamiento de agentes multifuncionales mediante procesos GRAS en la tarea T3.2 y 5.2, se han considerado principalmente dos tipos de matrices. En concreto, como fuente de sustancias multifuncionales se ha proseguido las investigaciones sobre romero como matriz representativa de una serie de materias primas similares y rosa mosqueta, por su relevancia actual de cara a aplicaciones cosméticas.

Paquete de trabajo Nº	3	Fecha de comienzo: 01/2016	Fecha de fin: 09/2016
Acrónimo participante responsable de este paquete de trabajo:	AINIA		
Acrónimos otros participante en este paquete de trabajo:	---		
TRL asociado/s al PT	TRL5		
Título del paquete de trabajo	Extracción de principios activos naturales con características multifuncionales		

Objetivos:

Los principales objetivos perseguidos en este tercer paquete de trabajo del proyecto COSMETOSUP II según se presentaron en la memoria de solicitud son:

- Evaluación de las sustancias funcionales cosméticas en cuanto a su comportamiento esperado en dióxido de carbono supercrítico para su incorporación en los cosmetotextiles.
- Evaluación de la aptitud de la extracción supercrítica para la obtención de sustancias multifuncionales de aplicación cosmética y del efecto de las principales variables del proceso (variables intensivas, extensivas, cinéticas y/o fluidodinámicas).
- Evaluación de la aptitud de tecnologías de microencapsulación de las sustancias bioactivas seleccionadas de cara a su potencial utilización final en productos cosmetotextiles.

En la segunda anualidad, se han desarrollado actividades en las tareas 3.2 y 3.3 orientadas a estos objetivos.

Descripción del trabajo (tareas):

Tarea 3.2.- Investigación del proceso de extracción supercrítica de principios activos naturales con características multifuncionales (AINIA)

Con objeto de salvaguardar los efectos negativos de los procesos de obtención de las sustancias funcionales cosméticas y procurar un proceso global más sostenible y eficiente, se ha continuado en esta tarea las actividades en cuanto al estudio la aptitud de la tecnología de extracción supercrítica con CO₂ para la obtención de derivados de las materias primas seleccionadas anteriormente para la generación de agentes cosméticos mediante procesos seguros, sostenibles, etc. con las consiguientes ventajas para el proceso global desde el punto de vista de sostenibilidad y costes analizado en el PT7.

En función de los resultados de las tareas anteriores y el know-how propio del equipo investigador, se ha abordado la definición detallados del diseño experimental para estudiar las variables de proceso en cada caso.

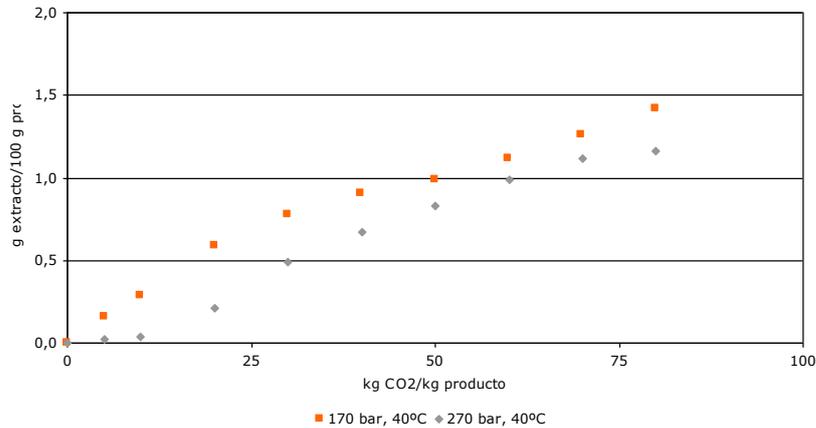
Teniendo en cuenta el resultado de las actividades en 2015, se ha profundizado en el estudio experimental de la extracción supercrítica de dos materia primas de distinta naturaleza, como el romero y la rosa mosqueta, en las instalaciones de AINIA.

Romero

En el caso de la extracción supercrítica a partir de romero, se ha continuado en AINIA con el estudio del efecto de las variables incidiendo en la presión de extracción expuesta en el informe de la primera anualidad (figura 3.2.1). Como se indicó y se muestra en la figura 3.2.1, se obtuvo una cinética de recogida de extracto ligeramente más favorable a la presión inferior (170 bar) que a 270 bar, que también resultó congruente con las diferencias de masa determinadas en la materia prima entre el momento anterior y posterior al tratamiento (una

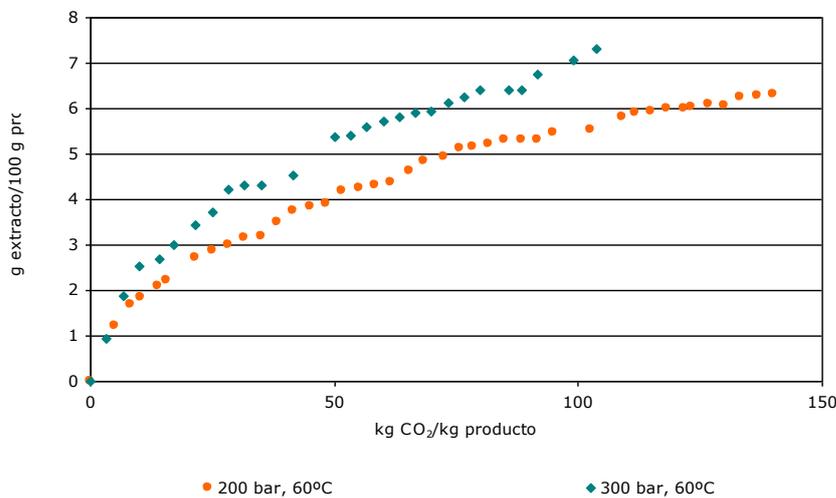
diferencia de masa de alrededor de un 3% en la extracción supercrítica a 270 bar frente a algo más de 4% a 170 bar). La promoción de la extracción a niveles de presión más moderados a una temperatura ligera (40°C) indicada apoya la posibilidad de aplicar un nivel de presión y temperatura superior al objeto de contrarrestar los efectos de la temperatura y la presión sobre la densidad del CO₂ supercrítico, procurándose niveles superiores de extracción.

Figura 3.2.1 Cinéticas de extracción supercrítica con CO₂ sobre romero: efecto de la presión



Los resultados experimentales han corroborado esta hipótesis, como demuestran el estudio del avance de la extracción supercrítica aplicando valores de temperatura entre 40°C y 60°C y dos niveles presión de extracción (200 bar y 300 bar). En la figura 3.2.2 se puede observar claramente que a una presión superior (300 bar vs 200 bar) a una temperatura de 60°C en vez de 40°C el progreso de la extracción supercrítica se vio acelerado y favorecido.

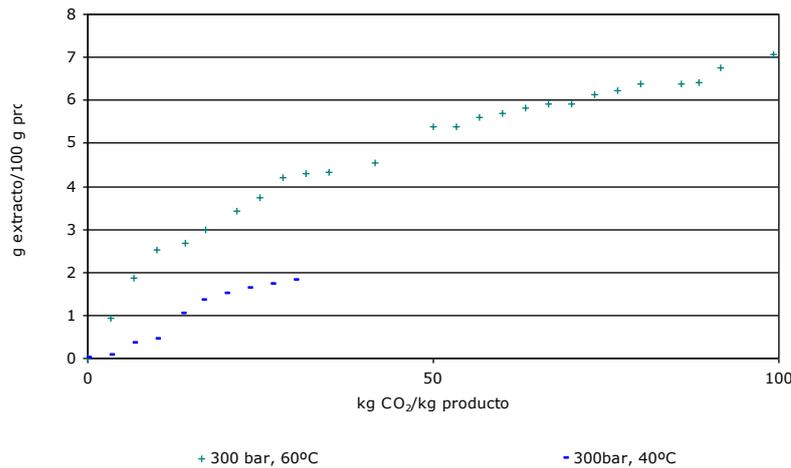
Figura 3.2.2. Cinéticas de extracción con CO₂-SC sobre romero: efecto de la presión



En cuanto a la influencia de la temperatura en el rendimiento de la extracción supercrítica, este parámetro se reveló importante y su ajuste permitió una mejora del comportamiento de la extracción supercrítica en cuanto a la recogida de extractos, minimizando la aparición de bloqueos parciales que dificultaban la recogida de los extractos a lo largo del tiempo. Por otro lado, mientras el incremento de la temperatura de extracción de 40°C a 50°C se tradujo en una clara mejora de la evolución de la extracción, cuando se ajustaron otros parámetros y se pasó a realizar ensayos iguales salvo en la temperatura de extracción con valores de 50°C y 60°C. Dada la relación entre la temperatura de extracción y la fluidodinámica del proceso, favorecida en el nivel superior, se pasó a contrastar el efecto de la temperatura comparando 40°C y 60°C también al nivel superior de presión (300 bar). En la figura 3.2.3 se muestran las cinéticas correspondientes a presiones de extracción de 300 bar, que ratificaron la influencia

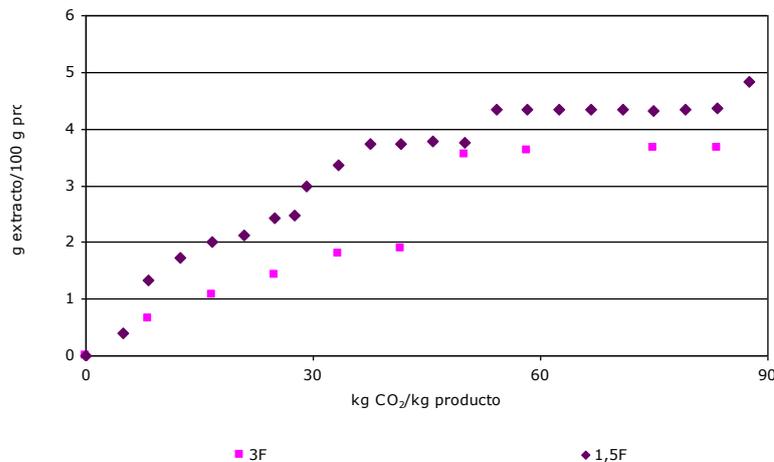
positiva del aumento de la temperatura de extracción sobre los rendimientos brutos. Los rendimientos a 60°C llegaron a superar del doble de los obtenidos a 40°C para una misma intensidad de extracción en cuanto al resto de los parámetros de proceso. En términos de tiempo, se pudo constatar la posibilidad de obtener a 60°C en un tiempo inferior a un tercio del empleado a 40°C para conseguir un determinado rendimiento.

Figura 3.2.3. Cinéticas de extracción supercrítica con dióxido de carbono sobre romero: efecto de la temperatura @ 300bar



El flujo de dióxido de carbono supercrítico es otro de los parámetros que también ha permitido ajustar la operativa a la vez que se ha estudiado su influencia sobre la evolución de la extracción. En el caso del romero, se constató que la estrategia de incrementar el flujo como vía para intensificar el proceso de extracción supercrítica presenta limitaciones importantes por su impacto negativo en la recogida del extracto y en la cinética de extracción en los niveles superiores ensayados. Esta circunstancia se muestra en la figura 3.2.4, donde la cinética se situó en rendimientos inferiores y presentó saltos más pronunciados al duplicar el flujo (3F vs 1,5F) mientras que en valores más bajos la influencia apenas se apreció.

Figura 3.2.4. Cinéticas de extracción supercrítica con dióxido de carbono sobre romero: efecto del flujo de CO₂-SC @ 50°C



En resumen, el estudio de los procesos de extracción supercrítica ha mostrado la viabilidad de obtener extractos de romero mediante esta tecnología efectuando una selección de parámetros apropiadas para favorecer la cinética de extracción en función de la solubilidad de las sustancias y el comportamiento fluidodinámico global en cuanto a la extracción en sí y la etapa de separación y recogida del extracto.

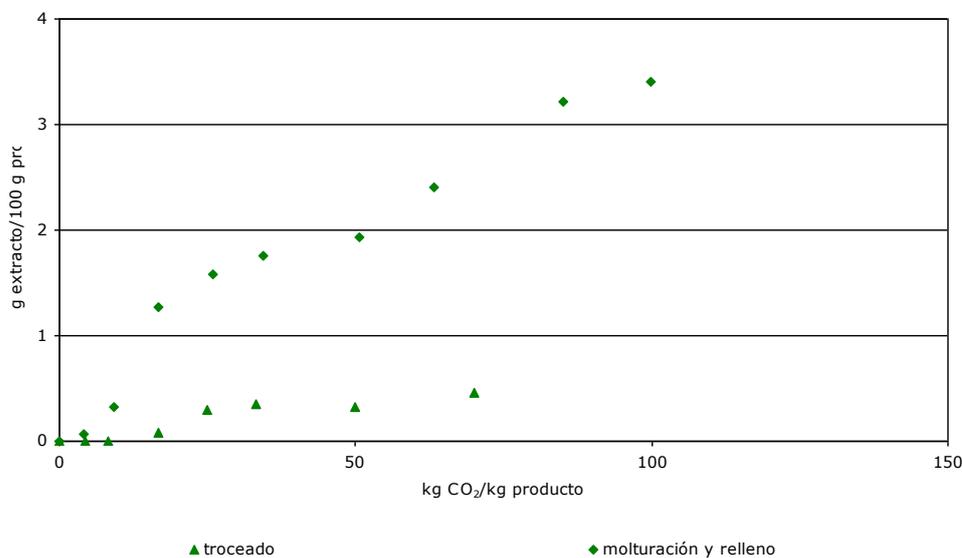
Rosa Mosqueta

Se ha continuado en AINIA con el estudio de la extracción supercrítica de rosa mosqueta iniciado en distintas condiciones de presión y temperatura, para el estudio del efecto de las variables intensivas de la extracción supercrítica sobre esta materia prima, pasando a abordar el estudio de la influencia de otras variables asociadas a la materia prima y a otras variables de proceso como el flujo de dióxido de carbono.

Los factores asociados a la materia prima, tanto en cuanto a sus características intrínsecas como a su carga en cada proceso de extracción supercrítica, tienen una influencia sobre los rendimientos de extracción y la cinética de su obtención.

Los resultados han demostrado que el modo en que la materia prima se prepara previamente a la extracción supercrítica condiciona enormemente tanto la cantidad de extracto accesible como la velocidad de extracción. En el caso de la rosa mosqueta, la utilización de materia prima en trozos grandes se mostró mucho menos conveniente que el uso de materia prima molturada conjuntamente con relleno para ayudar a la distribución interna del fluido supercrítico. De forma gráfica, en la figura 3.2.5 se aprecia la evolución de las cinéticas de extracción para ambos tipos de pretratamientos, resultando sensiblemente más favorable el caso de la rosa mosqueta molturada.

Figura 3.2.5 Efecto de los pretratamientos sobre las cinéticas de extracción supercrítica con dióxido de carbono sobre rosa mosqueta

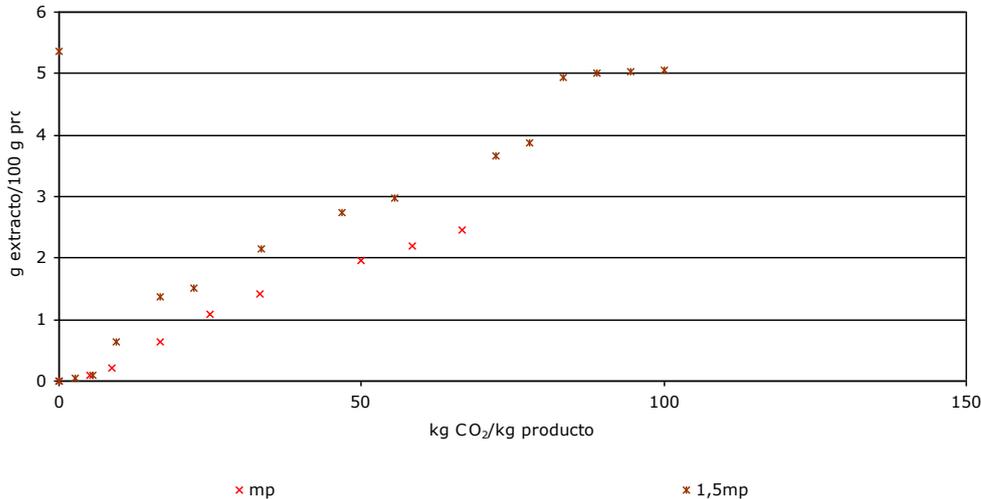


Como sucede en otras materias primas, los resultados experimentales han llevado a constatar diferencias en los resultados derivados de distintos lotes de de rosa mosqueta aprovisionada desde distintos orígenes. Cuando se procesaron en condiciones idénticas tres lotes de materia prima distintos, dos de ellos dieron lugar a cinéticas de extracción con morfologías y velocidades muy similares mientras que en el caso del tercer lote la cinética resultó mucho más favorable y se alcanzó un rendimiento de extracción final muy superior al de los otros dos tipos de materia prima.

Otro parámetro también relacionado con la materia prima, la cantidad de materia prima utilizada en cada proceso de extracción supercrítica, ha tenido un impacto sobre la evaluación

de la extracción supercrítica. En la figura 3.2.6 se muestra el efecto de incrementar en un 50% la cantidad de materia prima tratada en cada carga, constatándose una mejora de la extracción al aumentar la cantidad de materia prima extraída.

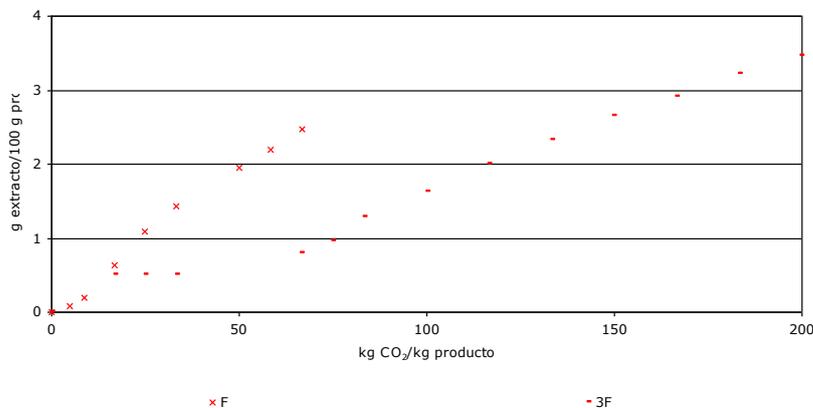
Figura 3.2.6 Efecto de la cantidad de materia prima sobre las cinéticas de extracción supercrítica con dióxido de carbono sobre rosa mosqueta



El efecto positivo del incremento en un 50% de la cantidad de materia prima cargada que se puede apreciar en las cinéticas de la figura 3.2.6 se constató también en valores superiores pero se llegó a observar un pequeño descenso en el valor máximo ensayado.

Por otro lado, de forma similar a lo descrito en el caso del romero, la aplicación de flujos superiores para tratar de mejorar los mecanismos transferencia de materia no condujeron a cinéticas favorables sino que llevó aparejado un descenso notable en los rendimientos y en el avance del proceso. De este modo, al triplicar el flujo se observaron rendimientos hasta 2,5 veces inferiores, dependiendo de la cantidad de CO₂ aplicada (figura 3.2.7).

Figura 3.2.7 Efecto del flujo de CO₂ supercrítico sobre las cinéticas de extracción supercrítica con dióxido de carbono sobre rosa mosqueta



En resumen, el estudio de los procesos de extracción supercrítica ha ratificado la viabilidad de aplicar esta tecnología para la obtención de extractos de rosa mosqueta, manifestándose como especialmente importantes los aspectos asociados a la materia prima en cuanto a su preparación y carga en el extractor así como una correcta selección de parámetros operativos para maximizar la cantidad extraíble y acelerar en la medida la velocidad de su obtención.

Tarea 3.3.- Investigación del proceso de microencapsulación de principios activos naturales obtenidos mediante técnicas de extracción supercrítica (AINIA).

Una vez analizada la información recopilada en la tarea 2.1, se ha seguido con el análisis e identificación de las alternativas tecnológicas y materiales de recubrimiento acordes a la naturaleza de las sustancias activas seleccionadas para su aplicación en los cosmetotextiles.

Tomando como punto de partida la información recopilada en la tarea 2.1 así como las primeras informaciones experimentales del paquete 3 en la primera anualidad, se ha proseguido asimismo identificando las características de los dispositivos experimentales necesarios para llevar a cabo pruebas respecto a las alternativas técnicas de microencapsulación consideradas para realizar ensayos en la anualidad 2016.

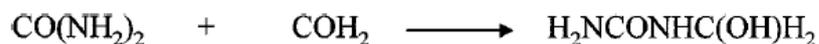
Entre ellas, se han seleccionado para su estudio tres alternativas cuyos resultados se exponen a continuación.

Microencapsulación por polimerización *in situ*: melamina-formaldehído.

Una vez seleccionada la técnica de polimerización *in situ*, se pasó a definir la metodología a desarrollar en la experimentación, concretando los productos comerciales a emplear y adecuando el equipamiento necesario.

El mecanismo de encapsulación consiste básicamente en la reacción de polimerización de monómeros que se encuentran inicialmente en disolución, sobre la fase dispersa de una microemulsión, formando un recubrimiento sólido alrededor de la fase orgánica. Esta reacción de polimerización se produce entre el grupo amina y el grupo aldehído, formando el polímero sólido de recubrimiento (Figura 3.3.1).

Figura 3.3.1. Reacción de polimerización de la melamina con el formaldehído (Park et al., 2001).

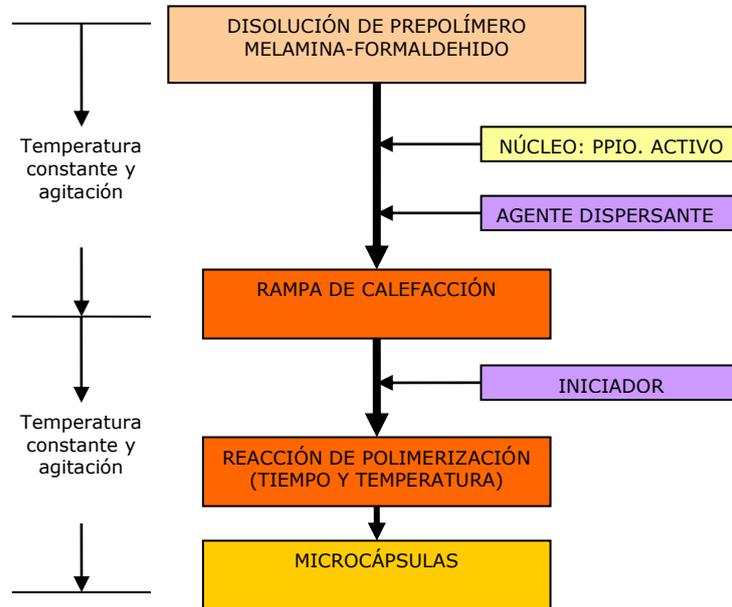


Por este motivo, a pesar de que la reacción de polimerización se produce en la fase continua de la emulsión, existe la posibilidad de que grupos aldehído o grupos amina del extracto o principio activo cosmético, puedan reaccionar con los monómeros de recubrimiento, lo que podría variar en parte, el perfil. La metodología propuesta para llevar a cabo la experimentación en AINIA se esquematiza en la figura 3.3.2.

En primer lugar, se prepara una disolución de melamina y formaldehído, controlando el pH y la temperatura para la formación de la mezcla de prepolímero. Una vez preparada se añade el principio activo, generando dos fases, siendo el principio activo la fase dispersa de la emulsión. En este punto se añade un agente dispersante, para evitar la coagulación de las gotículas de la fase dispersa, formando, así, con una agitación enérgica, una emulsión estable durante el proceso de microencapsulación. En este momento se va incrementando la temperatura de manera gradual y se disminuye el pH para que comience la reacción de polimerización mediante reacción del grupo amina y aldehído, formando una resina sólida alrededor de la fase dispersa. Se mantiene la agitación, el control de temperatura y de pH hasta que finalice la reacción y se pasa a la etapa de separación de las microcápsulas del medio de reacción. Este paso puede llevarse a cabo mediante filtración a vacío o mediante centrifugación y secado a

vacío, combinando en ambos casos con lavados sucesivos, para eliminar posibles restos de reactivos y principio activo no encapsulado.

Figura 3.3.2. Esquema del proceso de microencapsulación por polimerización interfacial in situ



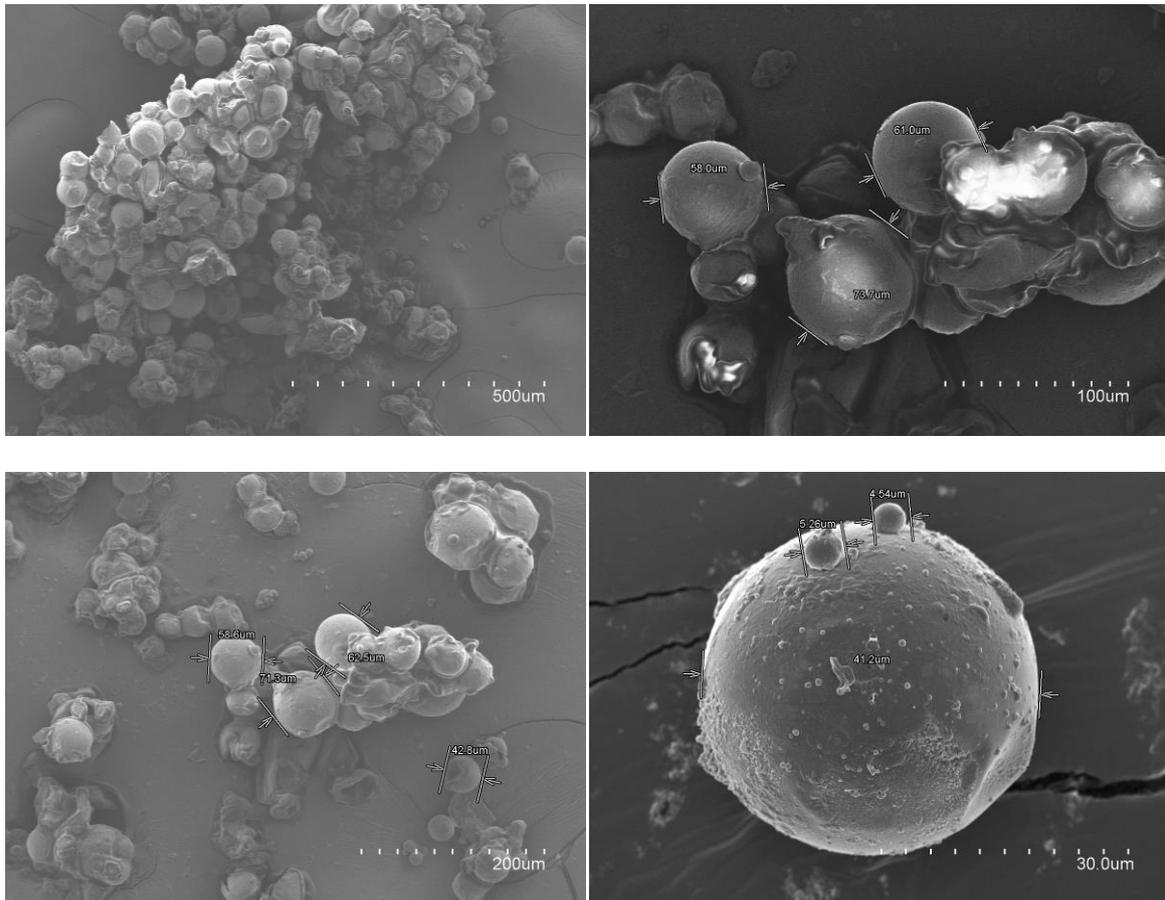
En la figura 3.3.3 se muestra una fotografía del proceso aplicado en AINIA para la microencapsulación del principio activo natural obtenido mediante extracción supercrítica en las instalaciones de AINIA.

Figura 3.3.3. Imagen de la microencapsulación por polimerización interfacial in situ con melamina-formaldehído en AINIA



Las microcápsulas obtenidas fueron caracterizadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), utilizando un microscopio electrónico de barrido HITACHI modelo S-4800 con cañón de emisión de campo (FEG) con una resolución de 1.4 nm a 1 kV. La técnica de microscopía electrónica de barrido consiste, esencialmente, en hacer incidir en la muestra un haz de electrones. Este bombardeo de electrones provoca la aparición de diferentes señales que, captadas con detectores adecuados, proporcionan información acerca de la naturaleza de la muestra. La señal de electrones secundarios proporciona una imagen de la morfología superficial de la muestra, mientras que la señal de electrones retrodispersados aporta una imagen cualitativa de zonas con distinto número atómico medio.

Figura 3.3.4. Imágenes SEM de las micropartículas obtenidas en AINIA mediante polimerización interfacial in-situ



Las imágenes SEM de las micropartículas obtenidas en AINIA (ver figura 3.3.4) muestran que el tamaño de las partículas oscila entre 4 y 70 μm , siendo su geometría esférica.

Microencapsulación por coacervación compleja: quitosano y gelatina.

Tomando como base el listado de publicaciones destacadas en el paquete de trabajo PT2, se ha seleccionado como alternativa viable la microencapsulación con recubrimientos de quitosano, basado en la metodología descrita en Liu *et al.* (2013) empleando recubrimientos de quitosano combinado con gelatina.

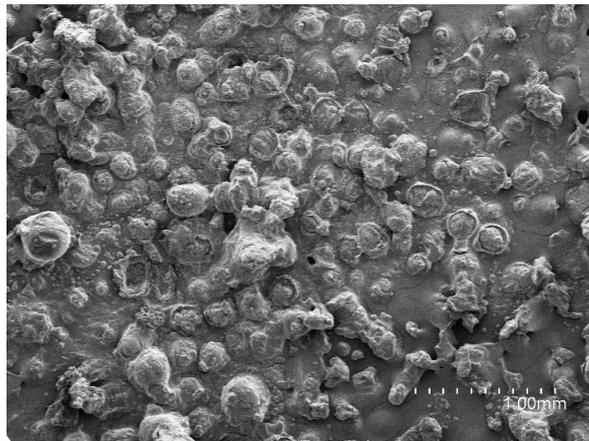
Posteriormente, la muestra fue secada mediante atomización, empleando un equipo “Spray Drying Buchi B-290” (figura 3.3.5). Este equipo tiene una potencia calorífica de 2300 W, con una capacidad de evaporación de 1 litro/hora, en el caso de que el disolvente empleado sea agua, y superior en el caso de disolvente orgánicos. El caudal máximo que puede alcanzar de aire es de 30 m^3/h , con una temperatura de entrada de 220°C. El control de temperatura se realiza mediante sonda PT-100, con una precisión de $\pm 3^\circ\text{C}$. El gas empleado para la atomización es aire comprimido, con un caudal variable entre 200-1000 l/h, a una presión entre 2 y 8 bar. En la figura 5 se muestra una imagen del equipo de secado por atomización en condiciones del proceso de secado de la muestra obtenida.

Figura 3.3.5. Equipo de atomización Buchi B-290 de AINIA



Las cápsulas obtenidas en AINIA fueron caracterizadas, al igual que anteriormente, por SEM como se muestra en la figura 3.3.6.

Figura 3.3.6. Imagen SEM de las micropartículas obtenidas mediante coacervación compleja de quitosano/gelatina



Como se puede ver en la figura 3.3.6, se observa que las cápsulas formadas presentaban geometría esférica pero se encontraban rodeadas de medio de reacción, por lo que se puede concluir que el proceso de encapsulación no fue del todo efectivo.

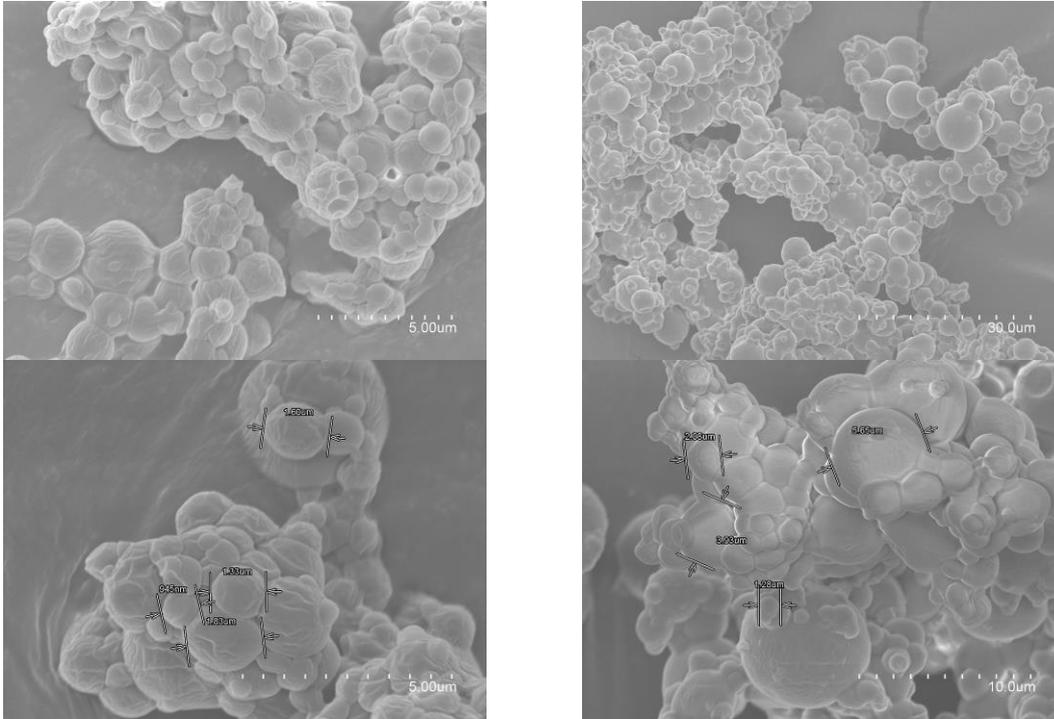
Microencapsulación por spray drying con quitosano

Las microcápsulas de quitosano conteniendo el principio activo natural obtenido mediante extracción supercrítica fueron obtenidas mediante spray-drying, utilizando el equipo mencionado anteriormente: el Spray Drying Buchi B-290 disponible en AINIA. Para llevar a cabo el proceso, en primer lugar se preparó una disolución de quitosano al 3% a la que posteriormente se añadió el principio activo. Una vez homogeneizada la emulsión, se procedió al proceso de secado por atomización (*spray drying*) en el equipo experimental.

Siguiendo el mismo procedimiento que en los casos anteriores, las microcápsulas obtenidas fueron caracterizadas por SEM. En la figura 3.3.7 se muestran las microfotografías obtenidas de la

muestra. Se observa que las microcápsulas presentan, en general, geometría esférica, con diámetros que oscilan entre los 700 nm y 5 µm, aproximadamente.

Figura 3.3.7. Imágenes SEM de las micropartículas de quitosano obtenidas por spray drying



En resumen, las técnicas propuestas se han mostrado como alternativas potenciales para la protección mediante microencapsulación de extractos multifuncionales a partir de fuentes naturales teniendo en cuenta las necesidades en aplicaciones cosmetotextiles.

Paquete de trabajo Nº	4	Fecha de comienzo: 01/2016	Fecha de fin: 12/2015
Acrónimo participante responsable de este paquete de trabajo:	AITEX		
Acrónimos otros participante en este paquete de trabajo:			
TRL asociado/s al PT	TRL5		
Título del paquete de trabajo	Investigación y desarrollo de sustratos textiles objeto de funcionalización		

Objetivos:

El objetivo principal del presente paquete de trabajo ha sido el desarrollo de una serie de estructuras textiles intrínsecamente funcionales con el fin de ser utilizadas como sustratos base en el proceso de impregnación de principios activos en condiciones supercríticas. A partir de las tareas de investigación y desarrollo llevadas a cabo en 2015, durante esta segunda anualidad se ha llevado a cabo el desarrollo de estructuras textiles no tejidas mediante tecnologías wet laid y carda, susceptibles de ser aplicadas como gasas y apósitos, paños quirúrgicos y toallitas higiénicas.

Dado que el objetivo último del proyecto ha sido la obtención de una gama de productos textiles de alto valor añadido, en el proceso de fabricación de estos sustratos se ha hecho uso de diferentes tipologías de fibras técnicas tales como: quitina, alginato, fibras celulósicas y fibras funcionalizadas con compuestos nanométricos.

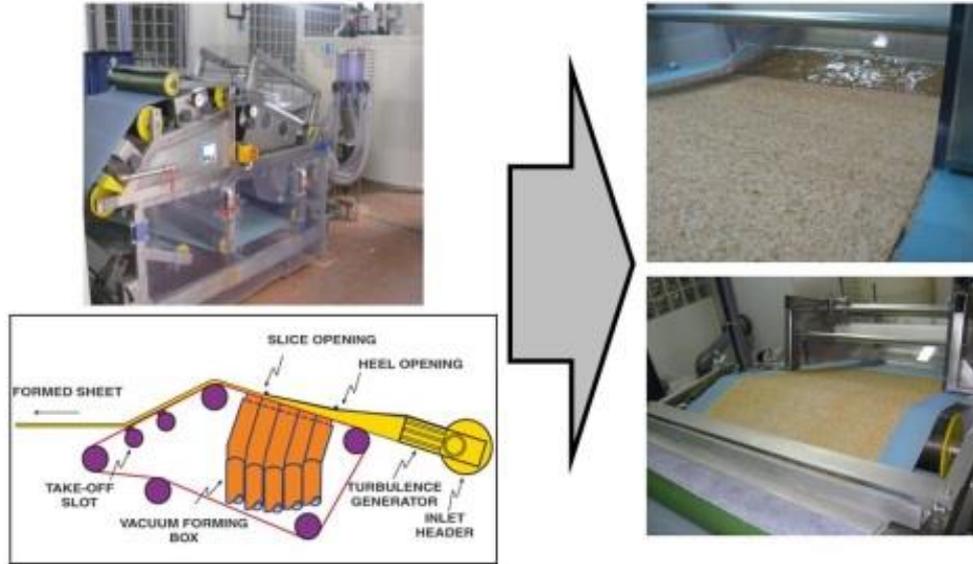
Adicionalmente, este paquete de trabajo ha comprendido el estudio de caracterización de propiedades físico-mecánicas y funcionales de los diferentes artículos desarrollados, de forma que sus propiedades han sido perfectamente conocidas con anterioridad a acometer el proceso de funcionalización con CO₂ supercrítico en AINIA.

Descripción del trabajo (tareas):

Tarea 4.1.- Investigación y desarrollo de sustratos con estructura no tejida.

Esta actividad ha tenido como objeto el desarrollo de estructuras textiles en formato tela no tejida. Estos artículos desarrollados incorporar porcentajes variables de fibra funcional (quitina, alginato y fibras funcionalizadas con compuestos nanométricos) y de fibra estándar (celulosa, viscosa, PLA, etc.). Estos artículos en formato no tejido han sido desarrollados empleando para tal fin las tecnologías wet-laid y cardado. AITEX dispone en sus instalaciones de un equipo semi-industrial que ha permitido el desarrollo de no tejidos en un ancho fijo de 500mm y una longitud, espesor y gramajes variables.

Figura 4.1.1. Tecnología wet-laid. Planta experimental de prototipado de AITEX.
FORMACIÓN POR VÍA HÚMEDA DEL VELO



Con anterioridad a acometer el proceso de fabricación de no tejidos, se ha realizado la preparación y corte de las fibras funcionales en longitudes variables entre 0 y 3 mm. Para ello se ha hecho uso del equipo de triturado de AITEX. . En un principio esta fibra se ha triturado con una longitud de ≤ 5 mm, no obstante después de realizar pruebas mediante la tecnología de wet-laid para la fabricación de los no tejidos se pudo comprobar que no se conseguían obtener satisfactoriamente. Por este motivo se procedió a un triturado más exhaustivo, triturando las fibras a una longitud de ≤ 3 mm. A continuación se muestra la trituradora utilizada y el resultado obtenido.

Figura 4.1.2. Tritradora utilizada.



Una vez se ha obtenido la fibra debidamente cortada, se ha procedido a su dispersión en medio acuoso y al estudio del proceso de formación y consolidación térmica del no tejido.

En la siguiente tabla se muestran varios ejemplos de no tejidos funcionales obtenidos mediante la tecnología wet laid:

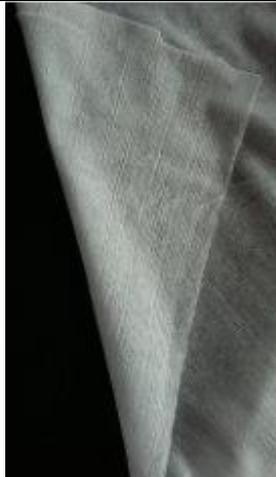
Tabla 4.1.1. No tejidos wet laid.

2-WL	10-WL	29-WL
		
		
		
Fibra Seacell	Fibra Smartcell	Fibra Quitina

Adicionalmente, en la ejecución de este paquete de trabajo AITEX ha contado con la participación del centro de investigación francés IFTH con el fin de explorar las posibilidades de la técnica de cardado en el proceso de fabricación de no tejidos. En el proceso de vía carda las fibras son dispuestas en forma paralela por cilindros recubiertos de “dientes peinadores” que forman mantas anisotrópicas, pudiendo estas mantas ser cruzadas en capas.

A continuación se muestra un ejemplo de los no tejidos funcionales desarrollados mediante la tecnología de carda:

Tabla 4.1.2. No tejidos de carda

1-CR	2-CR	3-CR
		
Fibra Seacell	Fibra Smartcell	Fibra Quitina

Tarea 4.2.- Investigación y desarrollo de sustratos con estructura de género de punto.

Durante la primera anualidad del proyecto se ha llevado a cabo el desarrollo de estructuras tejidas a partir de hilados funcionales mediante tecnologías de género de punto. Esta tarea ha sido finalizada en la anualidad 2015. Sobre estas estructuras textiles AINIA ha estudiado experimentalmente en el paquete de trabajo PT5 según lo previsto el comportamiento en medio supercrítico con el objetivo de estudiar los efectos que el CO₂ provoca en el material textil previamente al estudio de impregnación supercrítica en sí. Las materias textiles sometidas a pruebas de contacto con CO supercrítico en la tarea 5.1 se caracterizaron por AITEX en términos de propiedades textiles para estudiar si los materiales han sufrido alguna modificación significativa, en línea con lo previsto en el paquete de trabajo PT6.

Tarea 4.3.- Investigación y desarrollo de sustratos con estructura de calada.

Del mismo modo, durante la primera anualidad se ha estudiado el proceso de tejeduría plana con hilos intrínsecamente funcionales aplicables en el sector cosmético/salud. Para ello se ha utilizado la planta experimental de tejeduría de calada de AITEX, equipo éste sumamente versátil ya que con poca cantidad de hilo (10 kilogramos) permite el desarrollo de prototipos de largo variable y ancho de 65 cm. Aspectos técnicos tales como el gramaje, la estructura del tejido, el ligamento, etc. han sido considerados en el proceso de optimización de estos materiales. Debido a que los resultados no han fueron satisfactorios en cuanto a viabilidad técnica ya que los hilados se rompían durante el proceso de tejeduría debido probablemente a las tensiones sufridas durante el proceso, esta tarea finalizó en 2015.

Tarea 4.4.- Caracterización de prototipos de sustrato textil.

Finalmente, el presente paquete de trabajo concluye con el estudio de caracterización de propiedades textiles y funcionales de los prototipos desarrollados en las tres tareas anteriormente descritas. La determinación de parámetros textiles tales como propiedades de tracción y alargamiento a la rotura, la emisión de pelusa (Linting), la masa laminar y espesor, el comportamiento biocida y/o fungicida ha sido llevada a cabo en los laboratorios de AITEX.

La obtención de estos parámetros ha sido determinante para la selección de varios no tejidos para la posterior realización por parte de AINIA de pruebas de contacto en medio supercrítico en la tarea 5.1 y de impregnación supercrítica en la tarea 5.2.

Los no tejidos sometidos a pruebas de contacto en condiciones supercríticas en AINIA en la tarea 5.1 también se han caracterizado en términos de propiedades físico mecánicas en las instalaciones de AITEX con el objetivo de realizar una comparativa entre los no tejidos originales y los no tejidos sometidos a condiciones supercrítica, y de este modo poder estudiar la influencia de los parámetros supercríticos sobre los no tejidos.

A partir de estos resultados se ha realizado la selección de varios no tejidos para proceder a la impregnación del principio activo rosa mosqueta en medio supercrítico en AINIA en la tarea 5.2. Esta selección se ha realizado en base a las propiedades de resistencia y de actividad antibacteriana de los textiles, así como de la composición y calandrado.

En la siguiente tabla se muestra la descripción de los no tejidos seleccionados para su procesado mediante fluidos supercríticos:

Tabla 4.4.1. No tejidos seleccionados para su procesado mediante FSC's por AINIA

REFERENCIA		MATERIALES	PORCENTAJE (%)	GRAMAJE (g/m ²)
2-WL	WL – GA50 (QI70/LY10/PLA20)	Quitina (\leq 5mm)	70	50
		Lyocell (4mm)	10	
		PLA (3mm)	20	
10-WL	WL – GA50 (SE70/DA10/PLA20)	SeaCell (\leq 3mm)	70	50
		Danufil® KS (5mm)	10	
		PLA (3mm)	20	
14-WL	WL – PQ60 (QI70/LY10/PLA20)	Quitina (\leq 5mm)	70	60
		Lyocell (4mm)	10	
		PLA (3mm)	20	
16-WL	WL – PQ60 (SE70/LY10/PLA20)	SeaCell (\leq 3mm)	70	60
		Lyocell (4mm)	10	
		PLA (3mm)	20	
29-WL	WL – TH70 (SM70/LY10/PLA20)	SmartCell (\leq 3mm)	70	70
		Lyocell (4mm)	10	
		PLA (3mm)	20	

Paquete de trabajo Nº	5	Fecha de comienzo: 09/2015	Fecha de fin: 12/2015
Acrónimo participante responsable de este paquete de trabajo:	AINIA		
Acrónimos otros participante en este paquete de trabajo:	AITEX		
TRL asociado/s al PT	TRL4/TRL5		
Título del paquete de trabajo	Impregnación supercrítica de estructuras textiles aplicables en el ámbito cosmético.		

Objetivos:

Los principales objetivos perseguidos en este paquete de trabajo son:

- Evaluación del comportamiento de las propiedades de las probetas modelo en contacto con CO₂.
- Estudio del proceso de impregnación con CO₂-SC de los sustratos textiles modelo en función de su comportamiento con las sustancias bioactivas seleccionadas como consecuencia de las actividades del paquete de trabajo 3.

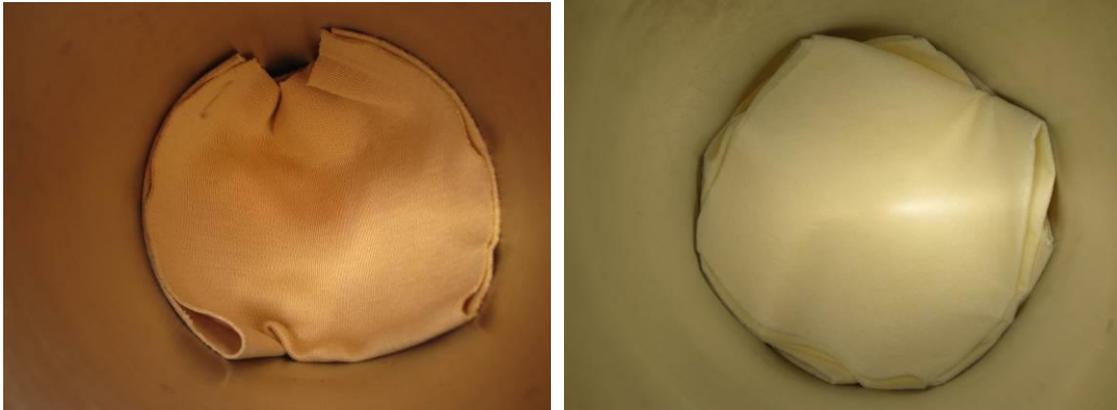
Tarea 5.1.- Evaluación de los sustratos textiles desarrollados para su impregnación en condiciones supercrítica (AINIA)

El proceso de impregnación supercrítica sobre sustratos textiles está condicionado entre otros aspectos por la solubilidad de la sustancias a impregnar en CO₂ (a mayor solubilidad, menor cantidad de CO₂ y tiempo de proceso se requiere) y por los efectos que el CO₂ provoca en el material textil. Por tanto, para estudiar experimentalmente el proceso de impregnación se considera necesario estudiar por separado el efecto que el CO₂ ejerce sobre estos previamente a las pruebas de impregnación con sustancias multifuncionales. Con este estudio es posible establecer el efecto estructural inherente al propio contacto con el fluido supercrítico y evitar el establecimiento de unas conclusiones erróneas en cuanto a la acción asociada de la presencia de agente multifuncional en las propiedades físico-químicas del material textil.

En este sentido, en la anualidad 2016 se ha proseguido con las actividades iniciadas en la primera anualidad en cuanto a la preparación de las probetas a estudio en AINIA a partir de las materias primas proporcionadas por AITEX y a su evaluación mediante pruebas de contacto con CO₂ supercrítico en AINIA.

La evolución del proyecto ha llevado a evaluar dos clases de materiales textiles: por una parte, sustratos tejidos y por otra, sustratos no tejidos. Los procedimientos de preparación de las probetas a partir de cada tipo de muestra, que se detallan en el entregable E5.1, incluyeron en primer lugar la conformación dimensional de acuerdo a las medidas establecidas y en segundo lugar, la colocación en el interior de la cámara de tratamiento, especialmente importante en el caso de muestras delicadas como el caso de algunos sustratos textiles no tejidos. En las figuras 5.1.1 y 5.1.2 se pueden observar a modo de ejemplo la disposición de probetas de muestras de forma distinta según las dos alternativas descritas. A la izquierda de la figura 5.1.1, se presenta un ejemplo de probeta de tejido colocada en modo transversal y a la derecha, un ejemplo de probeta de sustrato no tejido situado de la misma manera. En la figura 5.1.2 se muestra una probeta de no tejido colocada en forma de rollo.

**Figura 5.1.1 Sustratos textiles destinados para la preparación de probetas en AINIA:
colocación transversal**



**Figura 5.1.2 Sustratos textiles destinados para la preparación de probetas en AINIA:
colocación en rollo**



Los sustratos textiles no tejidos presentaron más fragilidad que los tejidos y en algún caso como el tipo W0, zonas especialmente heterogéneas y quebradizas. Como consecuencia, a pesar de una manipulación especialmente delicada, la preparación de las probetas resultó complicada y aparecieron ciertas fracturas en zonas de baja consistencia, que se evitaron en la medida de lo posible para la evaluación (figura 5.1.3).

Figura 5.1.3 Detalle de zonas quebradizas en muestra de sustrato no tejido W0



En las pruebas experimentales, realizadas en las instalaciones de AINIA, las probetas se han sometido al contacto con CO₂ en la cámara de tratamiento, donde se ha aplicado a una atmósfera de CO₂ supercrítico en condiciones controladas de presión y temperatura durante un tiempo preestablecido. Las muestras experimentales finales se han caracterizado en cuanto a sus dimensiones y en algunos casos, en cuanto a otros parámetros relevantes en cuanto a su comportamiento como sustrato cosmetotextil (resistencia a la tracción, estructura superficial, etc.).

Para la evaluación de la variación dimensional de las probetas, se procedió a la medida en AINIA de las dimensiones de dichas probetas considerando tres valores por cada dimensión. La toma de las medidas se normalizó para tratar de minimizar el impacto de la variabilidad de las muestras así como el error experimental. La figura 5.1.4 muestra un esquema de la nomenclatura y zona para la determinación de cada una de las medidas y las tablas 5.1.1 y 5.1.2, los resultados en tejidos así como la tabla 5.1.3 los resultados de las caracterizaciones en textiles no tejidos.

Figura 5.1.4 Esquema de medidas para la caracterización dimensional de probetas en AINIA

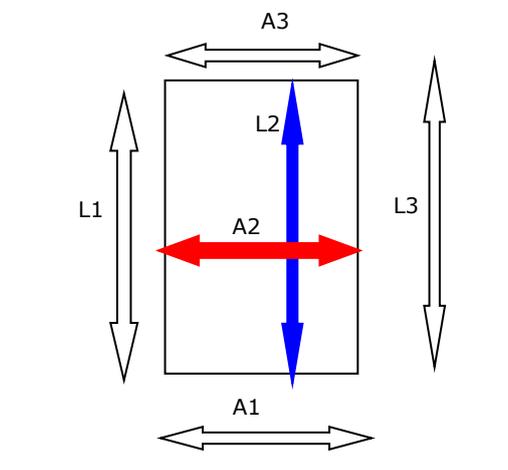


Tabla 5.1.1 Caracterización dimensional de las probetas de sustratos textiles tejidos sometidas a pruebas de contacto con CO₂ supercrítico en AINIA

	Probeta 1	Probeta 2		Probeta 1	Probeta 2
	%	%		%	%
TP3	variación	variación	TP6	variación	variación
ancho (mm)	0,5%	0,3%	ancho (mm)	-1,6%	-0,8%
largo (mm)	-1,0%	-1,2%	largo (mm)	0,1%	-0,6%

	%	%		%	%
TP8	variación	variación	TP9	variación	variación
ancho (mm)	1,0%	-0,6%	ancho (mm)	-0,3%	0,2%
largo (mm)	-0,1%	0,3%	largo (mm)	-0,3%	-0,8%

Las mediciones dimensionales de las probetas de tejidos tratados con dióxido de carbono supercrítico llevaron a identificar variaciones muy ligeras, inferiores en todo caso al 1%. Se determinaron valores tanto en sentido creciente como en decreciente respecto a las originales, siendo la tendencia más generalizada dimensiones mínimamente más reducidas que las originales. Por la magnitud de los valores absolutos, las variaciones observadas se encuentran próximas al error experimental. Por tanto, se puede considerar que las dimensiones de las probetas de tejidos apenas se vieron afectadas por el contacto con el CO₂ supercrítico.

Por el contrario, la caracterización de las propiedades físico-mecánicas en sustratos textiles tejidos sometidos a contacto con CO₂ condujo a variaciones más significativas según se puede apreciar en la tabla 5.1.2

Tabla 5.1.2 Caracterización de propiedades de las probetas de sustratos textiles tejidos tras el contacto con CO₂ supercrítico en AINIA

Sustrato TP3	% variación probeta 1	% variación probeta 2	%variación media
MASA LAMINAR	-7,1%	-4,8%	-6,0%
ESPELOR	-1,2%	-1,6%	-1,4%
REVENTAMIENTO	2,4%	-10,5%	-4,1%
PERMEABILIDAD AL AIRE	13,9%	15,4%	14,6%

Sustrato TP6	% variación probeta 1	% variación probeta 2	%variación media
MASA LAMINAR	3,9%	5,0%	4,5%
ESPELOR	3,0%	3,9%	3,5%
REVENTAMIENTO	13,6%	12,7%	13,2%
PERMEABILIDAD AL AIRE	-12,9%	-9,8%	-11,4%

Sustrato TP8	% variación probeta 1	% variación probeta 2	%variación media
MASA LAMINAR	-4,5%	-3,0%	-3,8%
ESPELOR	-2,8%	-1,5%	-2,2%
REVENTAMIENTO	-11,5%	-4,2%	-7,8%
PERMEABILIDAD AL AIRE	11,2%	2,5%	6,8%

Sustrato TP9	% variación probeta 1	% variación probeta 2	%variación media
MASA LAMINAR	-2,5%	-3,9%	-3,2%
ESPELOR	-1,7%	-4,0%	-2,9%
REVENTAMIENTO	-12,8%	-8,3%	-10,6%
PERMEABILIDAD AL AIRE	4,9%	8,6%	6,8%

Según se puede deducir de los resultados recogidos en la tabla 5.1.2, los sustratos TP3, TP8 y TP9 presentaron tendencias de valores más próximos entre sí y diferentes a las del tejido TP6. El parámetro de masa laminar disminuyó en los tres tejidos TP3, TP8 y TP9, correspondiendo la variación más acusada al TP3 (-6,0%), mientras en el sustrato TP6 presentó una variación positiva (4,5%). De forma semejante, también se redujo el espesor en los tres tejidos (-1.4% en TP3, -2.2% en TP8 y -3.2% en TP9) cuando aumentó en el tipo TP6 (3,5%). Asimismo, se redujo el nivel de reventamiento en las tres muestras mencionadas (-4.8% en TP3, -7.8% en TP8 y -10.6% en TP9) frente a un aumento de 13,2% en el tipo TP6. La misma tendencia se apreció también en cuanto a la permeabilidad al aire, que disminuyó en el tipo TP6 (-11,4%) en contraposición a los aumentos observados en los tipos TP3, TP8 y TP9 (14,6% 6,8% y 6,8%, respectivamente).

Dado el aumento del nivel del reventamiento del material en el caso del tipo TP6, se procedió a descartarlo para su empleo en el estudio de la impregnación supercrítica. Se seleccionaron como más adecuados el sustrato TP9 por ser el que presentó la máxima reducción en cuanto al nivel de reventamiento y el tejido TP3 por presentar el mayor aumento en la permeabilidad al aire.

Se procedió de un modo similar con los sustratos no tejidos. Las caracterizaciones dimensionales se mostraron insignificantes, según se puede deducir de los resultados recogidos en la tabla 5.1.3, donde en todos los casos se observaron pequeñas disminuciones en las dimensiones, inferiores al 0,7%.

Tabla 5.1.3 Caracterización dimensional de las probetas de sustratos textiles no tejidos sometidas a pruebas de contacto con CO₂ supercrítico en AINIA

			sustrato W0	sustrato W5	sustrato W6	sustrato W9
			% variación	% variación	% variación	% variación
WX-T	A	ancho (mm)	-0,4%	-0,1%	-0,3%	-0,1%
	L	largo (mm)	-0,1%	-0,7%	-0,1%	0,0%
WX-L	A	ancho (mm)	-0,3%	-0,3%	0,0%	-0,1%
	L	largo (mm)	0,0%	-0,3%	-0,3%	-0,4%
WX-A4	A	ancho (mm)	-0,5%	-0,3%	-0,2%	-0,5%
	L	largo (mm)	-0,1%	0,0%	0,0%	0,0%
WX-1M	A	ancho (mm)	0,0%			
	L	largo (mm)	-0,2%			

Por las escasas variaciones dimensionales y la relevancia de otros parámetros, para la selección de las tipologías de no tejidos de cara a su empleo en la impregnación supercrítica se consideró como determinantes las variaciones asociadas a las propiedades físico-mecánicas.

En cuanto a la masa laminar, en la mayoría de los sustratos se apreció un descenso, salvo en los tipos 5WL, 14WL y 29WL, como se puede apreciar en la tabla 5.1.4, sin que en ningún caso las variaciones alcancen el 6%. Por otro lado, en cuanto a las propiedades de variación en el espesor así como en la resistencia a la tracción tanto en sentido longitudinal como en sentido transversal todas las muestras manifestaron reducciones en los valores tras someterse al contacto con dióxido de carbono supercrítico excepto en el caso de la muestra WL6, en el que apreció un comportamiento contrario al del resto, con un aumento tanto del espesor como de la resistencia a la tracción). Las variaciones en el espesor se pueden observar en la tabla 5.1.5 y en la resistencia a la tracción en las tablas 5.1.6 y 5.1.7. para los sentidos longitudinal y transversal, respectivamente. Por ello, en la valoración de la impregnación supercrítica, se ha prestado especial atención a los resultados correspondientes a los tipos WL16 y WL10, próximos en su composición pero con un comportamiento muy distinto en medio CO₂-SC.

Tabla 5.1.4 Caracterización de propiedades de las probetas de sustratos textiles no tejidos tras el contacto con CO₂ supercrítico: masa laminar

Masa laminar (g/m ²)	% variación
2 WL	-1,99%
5 WL	1,49%
10 WL	-1,12%
14 WL	5,80%
16 WL	-2,56%
17 WL	3,17%
25 WL	-2,07%
26 WL	-5,52%
29 WL	0,86%
34 WL	-2,08%

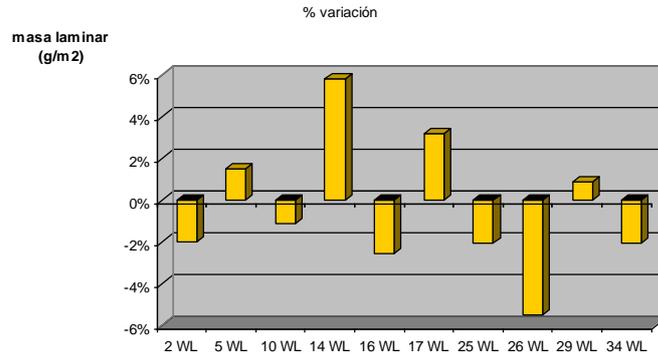


Tabla 5.1.5 Caracterización de propiedades de las probetas de sustratos textiles no tejidos tras el contacto con CO₂ supercrítico: espesor

Espesor (mm)	% variación
2 WL	-8,55%
5 WL	-8,68%
10 WL	-6,45%
14 WL	4,79%
16 WL	69,49%
17 WL	5,16%
25 WL	-7,09%
26 WL	-10,20%
29 WL	-1,40%
34 WL	-5,50%

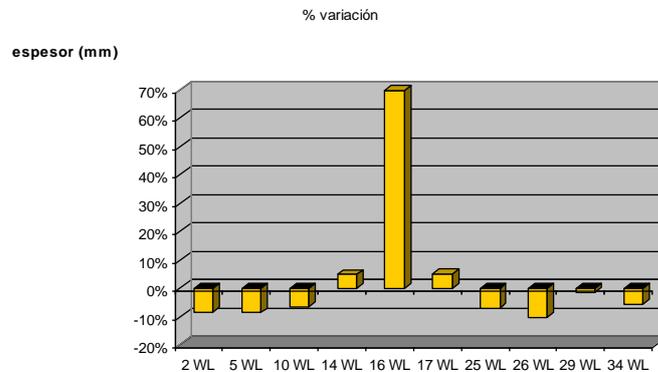
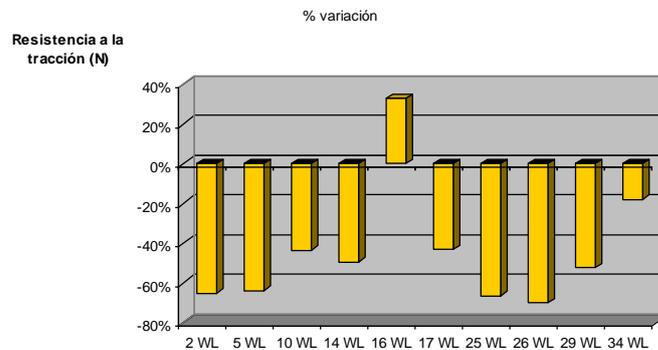
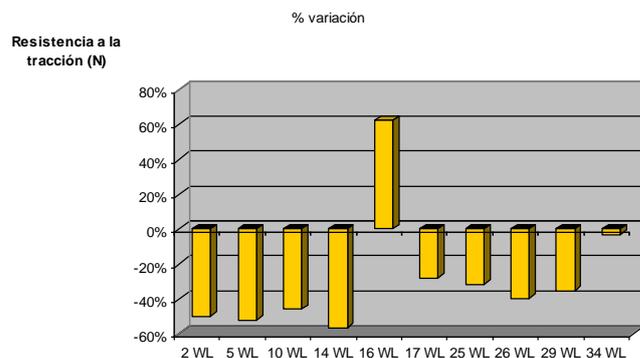


Tabla 5.1.6 Caracterización de propiedades de las probetas de sustratos textiles no tejidos tras el contacto con CO₂ supercrítico: resistencia a la tracción

Resistencia a la tracción (N) longitudinal	% variación
2 WL	-65,0%
5 WL	-64,0%
10 WL	-43,4%
14 WL	-49,2%
16 WL	32,7%
17 WL	-43,3%
25 WL	-66,7%
26 WL	-70,0%
29 WL	-52,4%
34 WL	-18,2%



Resistencia a la tracción (N) transversal	% variación
2 WL	-50,0%
5 WL	-52,4%
10 WL	-45,9%
14 WL	-56,7%
16 WL	62,5%
17 WL	-28,2%
25 WL	-32,0%
26 WL	-40,0%
29 WL	-35,5%
34 WL	-3,2%



Tarea 5.2.- Impregnación de sustratos con principios activos de origen natural en condiciones supercríticas (AINIA)

A partir de los resultados relativos al comportamiento de los ingredientes activos establecido en el paquete PT3 y los sustratos textiles en contacto con el dióxido de carbono supercrítico de la tarea 5.1, en la tarea 5.2 se ha llevado a cabo el estudio de la impregnación supercrítica mediante distintas series de ensayos experimentales con probetas modelo de sustratos para cosmetotextiles.

La realización de las pruebas ha requerido la definición de las metodologías operativas así como los diseños experimentales considerando tanto variables intensivas (presión, temperatura) como variables extensivas y/o fluidodinámicas (caudal de CO₂ -SC, tiempo de llenado, tiempo de procesado, tiempo de despresurización, etc.) y tipologías de probetas de sustratos textiles. En el establecimiento de las metodologías se han tenido en cuenta especialmente los resultados experimentales resultantes de las tareas 3.2 y 5.1, dado que el proceso de impregnación supercrítica implica tanto las necesidades asociadas a la extracción de las sustancias multifuncionales naturales para que puedan ser vehiculadas por el CO₂ supercrítico como al comportamiento de las probetas en medio CO₂ supercrítico, que ha mostrado cierta influencia en las propiedades de los sustratos textiles por el mero hecho de entrar en contacto. De este modo, se han mantenido las metodologías de preparación de las probetas expuestas en la tarea 5.1, con especial importancia en cuanto a la identificación del modo de colocación de las probetas en el interior de las cámaras a presión pueda tener sobre el proceso (en perpendicular al flujo de CO₂, en rollo).

Para las pruebas de la tarea 5.2 se han utilizado las instalaciones de la planta piloto de fluidos supercríticos disponible en AINIA, concretamente se ha utilizado especialmente el equipo PFS20, que se muestra en la figura 5.2.1.

Figura 5.2.1 Planta piloto de FSC de AINIA: equipo PFS20 para la investigación experimental de procesos en condiciones supercrítica



Las pruebas se han llevado aplicando distintas configuraciones de proceso, teniendo en cuenta las particularidades de las matrices empleadas en cada serie y los resultados disponibles en cada momento. Se presentan los resultados en función de las matrices fuente de sustancias multifuncionales, romero y rosa mosqueta.

Impregnación supercrítica de probetas con sustancias derivadas de romero

Los resultados de las pruebas de contacto sobre sustratos tejidos de la tarea 5.1 llevaron a identificar los tipos TP3 y TP9 como los más convenientes para el estudio de la impregnación supercrítica. Por las características de las matrices implicadas, se optó por evaluar la configuración de proceso único, en el que tiene lugar tanto la extracción supercrítica como la impregnación supercrítica del extracto solubilizado por su interés de cara a la configuración del proceso que minimice pérdidas y maximice el aprovechamiento de las ventajas de la aplicación de CO₂ supercrítico. Asimismo, se seleccionó la disposición conjunta de los dos tipos de matrices en una cámara única de tratamiento. De este modo, se comenzó por situar la materia prima natural (romero) en la base de la cesta de extracción con relleno como elemento coadyuvante para ambas etapas de extracción e impregnación y por último, las probetas en perpendicular sobre la capa de relleno. En la figura 5.2.2 se esquematiza gráficamente la disposición de las distintas matrices implicadas en el proceso de impregnación con CO₂ supercrítico.

Figura 5.2.2 Disposición de las matrices en el interior de la cámara para la impregnación supercrítica enfocada a la generación de cosmetotextiles



A lo largo de las pruebas de impregnación, se efectuó el seguimiento de las cantidades de extracto recuperables por separadores, dando lugar a cinéticas como las de la figura 5.2.3. Los resultados experimentales en cuanto a las variaciones dimensionales tanto en el ancho como en el largo y en cuanto a las variaciones másicas, se presentan en las tablas 5.2.3 y 5.2.4.

Figura 5.2.3 Seguimiento de la recogida de extracto en función del avance de la impregnación supercrítica con romero

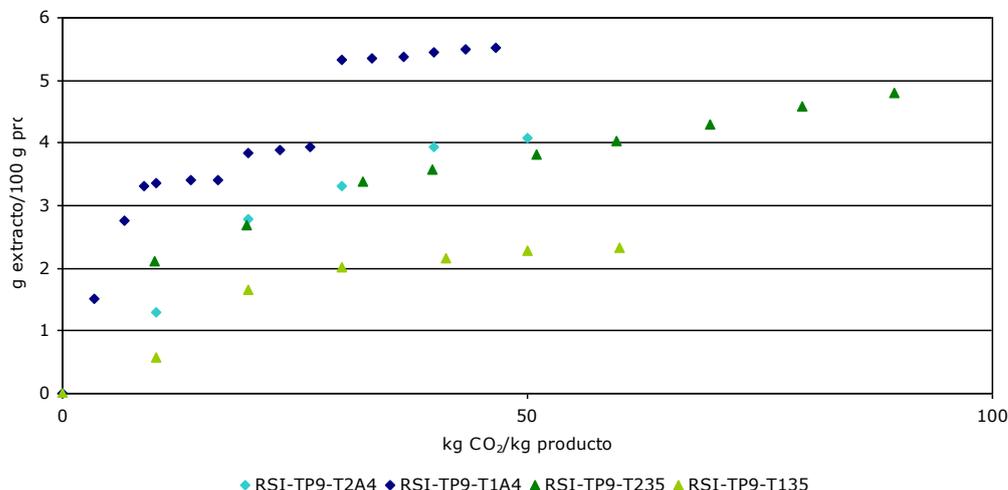


Tabla 5.2.3 Resultados experimentales de impregnación supercrítica de probetas TP9 con romero

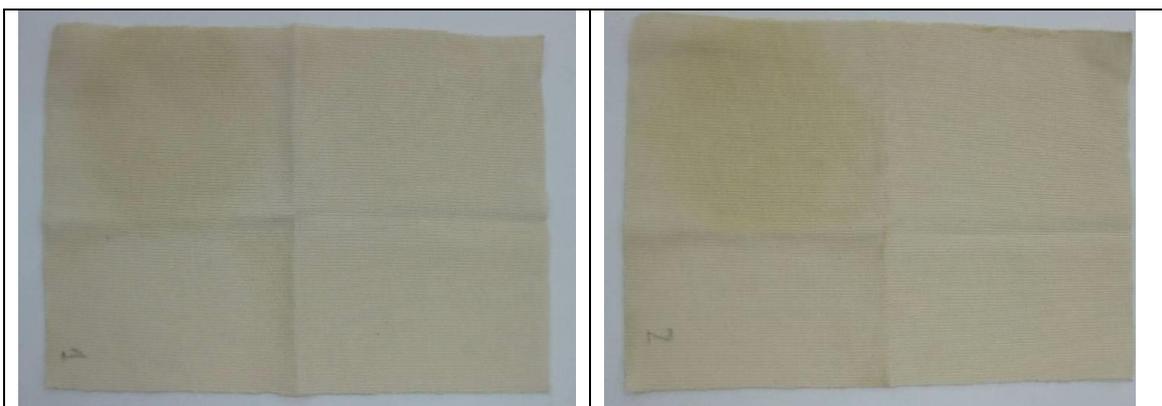
	RSI-TP9-T1A4	RSI-TP9-T2A4	RSI-TP9-T135	RSI-TP9-T235	RSI-TP9-T1Q1	RSI-TP9-T1S1	RSI-TP9-T2S1
Proceso	impregnación supercrítica en 1 cámara						
Materia prima natural	Romero						
Probeta textil	T1A4	T2A4	T135	T235	T1Q1	T1S1	T1S1
P (bar)	300	300	300	300	200	200	200
Materia prima natural							
% extracción	9,0%	n.d.	7,6%	7,9%	8,6%	11,2%	11,2%
Probeta textil							
% variación dimensional Ancho (A)	-0,3%	-0,8%	-1,9%	-1,1%	0,6%	1,8%	1,5%
% variación dimensional largo (L)	-0,3%	-1,9%	-1,7%	-2,4%	1,4%	1,6%	0,7%
% variación másica	0,5%	-0,8%	-0,1%	-0,7%	0,0%	-2,4%	-2,7%

Tabla 5.2.4 Resultados experimentales de impregnación supercrítica con romero de probetas de tejido TP3

	RSI-TP3-T1A4	RSI-TP3-T2A4
Proceso	impregnación supercrítica en 1 cámara	impregnación supercrítica en 1 cámara
Materia prima natural	Romero	Romero
Probeta textil	T1A4	T2A4
P (bar)	300	300
RESULTADOS		
Materia prima natural		
% extracción	11,9%	9,7%
Probeta textil		
% variación dimensional Ancho (A)	-1,4%	-17,4%
% variación dimensional largo (L)	-2,9%	-17,0%
% variación másica	-0,5%	-7,0%

En ambos sustratos se apreciaron reducciones en las dimensiones según se deduce de los datos de las tablas 5.2.3 y 5.2.4, en porcentajes similares a los observados en las pruebas de contacto de la tarea 5.1. Por otro lado, contrariamente a lo esperado, se determinaron pérdidas de masa en vez de aumentar a pesar que la apariencia de las muestras tras los tratamientos mostraron evidencias claras de la deposición de sustancias funcionales, según se puede ver en la figura 5.2.4. En la esquina superior izquierda de ambas muestras se puede observar una zona más coloreada que se corresponde aproximadamente con la sección de la cámara de tratamiento

Figura 5.2.4 Aspecto tras la impregnación supercrítica de dos probetas de sustrato tejido TP3



Impregnación supercrítica de probetas con sustancias derivadas de rosa mosqueta

En función de los resultados de las pruebas de impregnación con romero, se ajustó la metodología de realización de los ensayos para el estudio de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta en AINIA.

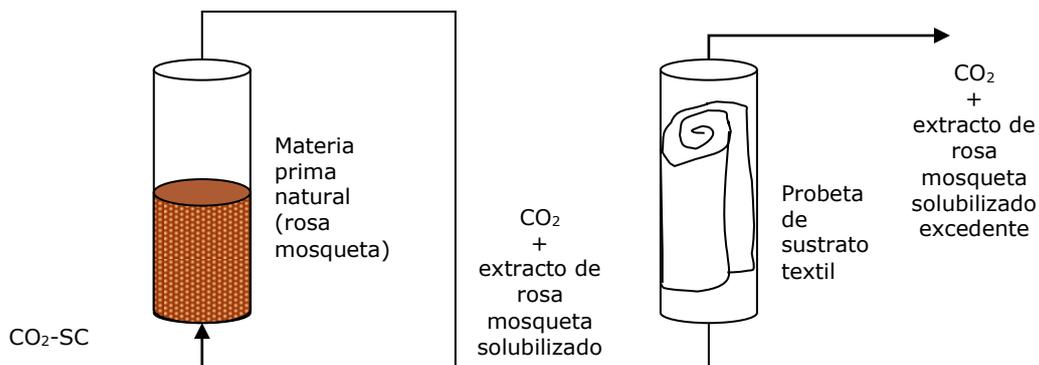
Por un lado, dada la evaluación del resto de las investigaciones, se procedió a utilizar como sustratos los materiales textiles no tejidos elaborados por AITEX. De acuerdo a las conclusiones comentadas en cuanto al romero y a la intensidad de color más marcada señalando la sección, se pasó a decidir el contraste de la hipótesis del tratamiento de capas sucesivas mediante la utilización de probetas en forma de discos (figuras 5.2.5 y 5.2.6).

Figuras 5.2.5 y 5.2.6 Preparación de probetas de sustratos no tejidos en forma de disco y situación en el interior de la cámara de tratamiento



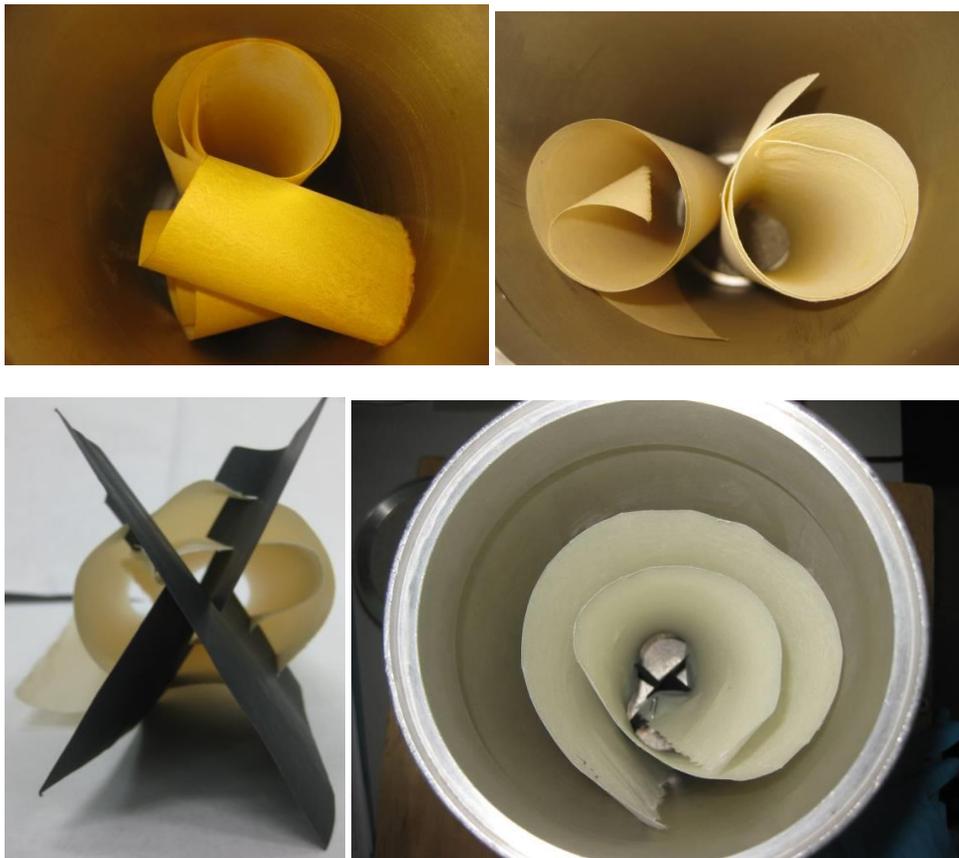
Los resultados de las pruebas con probetas en discos, que no vieron modificadas ni sus dimensiones ni sus masas, llevaron a evaluar la alternativa de impregnación utilizando dos cámaras en serie (figura 5.2.7) y la colocación de probetas en forma de rollo (figura 5.2.8). Según muestra la configuración esquematizada en la figura 5.2.7, en la primera cámara se sitúa la materia prima natural (es decir, la rosa mosqueta). En esa primera cámara se producen los fenómenos de extracción supercrítica para solubilizar las sustancias multifuncionales que se desea aplicar sobre los sustratos para generar los cosmetotextiles. La segunda cámara se destina a las probetas textiles para que tenga lugar la impregnación supercrítica en sí con la corriente de CO₂ con las sustancias extraídas.

Figura 5.2.7 Disposición de las matrices en el interior de la cámara para la impregnación supercrítica enfocada a la generación de cosmetotextiles



En cuanto a la colocación, según se puede observar en la figura 5.2.8, se evaluaron distintas alternativas para la disposición de probetas de sustratos según esta estrategia que incluyeron la situación de varias probetas enrolladas colocadas de forma aleatoria (arriba, izquierda); varias probetas en posición vertical, de forma que el plano de sustrato textil sea paralelo al paso del flujo de CO₂-SC (arriba, derecha), y la utilización de un material soporte auxiliar sobre una única probeta evitando en todo momento el contacto entre los distintos pasos de vuelta (abajo).

Figura 5.2.8 Colocación de probetas de sustratos no tejidos en forma de rollo en el interior de la cámara de tratamiento



Se realizaron una serie de pruebas para el ajuste de parámetros operativos con unas primeras probetas preparadas a tal fin. A partir de dichos resultados, se planteó un diseño experimental específico para tratar los cinco tipos de sustratos no tejidos a impregnar con rosa mosqueta en condiciones supercríticas.

En la tabla 5.2.4 se recogen las principales condiciones operativas para cada uno de los ensayos y en el contexto del paquete de trabajo PT6 se presentan los datos experimentales en cuanto al porcentaje de carga determinado, conforme a lo previsto. En la figura 5.2.9 se presentan fotografías de las muestras tras los tratamientos.

Tabla 5.2.4 Condiciones operativas principales en la impregnación supercrítica con rosa mosqueta de probetas de sustratos textiles no tejidos

Referencia probeta	IM-CRJ25-1102	IM-CRJ25-3202
Tipo de sustrato no tejido (wet laid)	2	2
Composición	WL-GA50 (Q170/LY10/PLA20)	WL-GA50 (Q170/LY10/PLA20)
Tipo de proceso	impregnación supercrítica con 2 cámaras	impregnación supercrítica con 2 cámaras
Presión extracción (bar)	250	250
Temperatura extracción (°C)	60	45
Flujo de CO ₂ (kg/h)	20	20
Tiempo de operación (h)	2	1

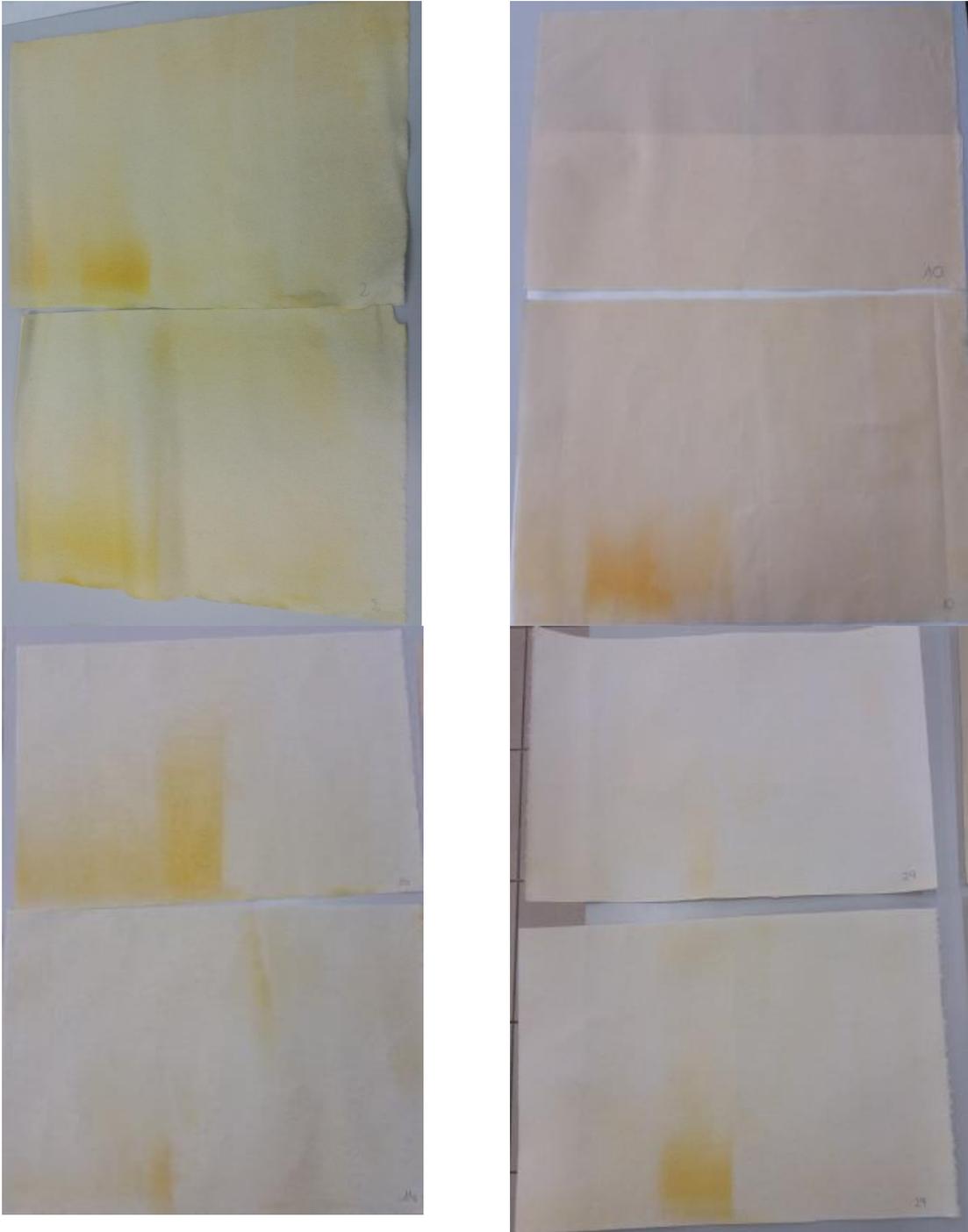
Referencia probeta	IM-CRJ25-3110	IM-CRJ25-4210
Tipo de sustrato no tejido (wet laid)	10	10
Composición	WL-GA50 (SE70/DA10/PLA20)	WL-GA50 (SE70/DA10/PLA20)
Tipo de proceso	impregnación supercrítica con 2 cámaras	impregnación supercrítica con 2 cámaras
Presión extracción (bar)	250	250
Temperatura extracción (°C)	45	45
Flujo de CO ₂ (kg/h)	20	12
Tiempo de operación (h)	1	1

Referencia probeta	IM-CRJ25-1114	IM-CRJ25-4214
Tipo de sustrato no tejido (wet laid)	14	14
Composición	WL-PQ60 (QI70/LY10/PLA20)	WL-PQ60 (QI70/LY10/PLA20)
Tipo de proceso	impregnación supercrítica con 2 cámaras	impregnación supercrítica con 2 cámaras
Presión extracción (bar)	250	250
Temperatura extracción (°C)	60	45
Flujo de CO ₂ (kg/h)	20	12
Tiempo de operación (h)	2	1

Referencia probeta	IM-CRJ25-2116	IM-CRJ25-3216
Tipo de sustrato no tejido (wet laid)	16	16
Composición	WL-PQ60 (SE70/LY10/PLA20)	WL-PQ60 (SE70/LY10/PLA20)
Tipo de proceso	impregnación supercrítica con 2 cámaras	impregnación supercrítica con 2 cámaras
Presión extracción (bar)	250	250
Temperatura extracción (°C)	60	45
Flujo de CO ₂ (kg/h)	20	20
Tiempo de operación (h)	2	1

Referencia probeta	IM-CRJ25-2129	IM-CRJ25-4229
Tipo de sustrato no tejido (wet laid)	29	29
Composición	WL- TH70 (SM60/LY20/PLA20)	WL- TH70 (SM60/LY20/PLA20)
Tipo de proceso	impregnación supercrítica con 2 cámaras	impregnación supercrítica con 2 cámaras
Presión extracción (bar)	250	250
Temperatura extracción (°C)	60	45
Flujo de CO ₂ (kg/h)	20	12
Tiempo de operación (h)	2	1

Figura 5.2.9 Probetas de sustratos no tejidos tras el tratamiento de impregnación supercrítica con rosa mosqueta



Como resultado de las pruebas de impregnación supercrítica expuestas en la tarea 5.2, se ha generado distintas series de muestras funcionalizadas, es decir, impregnadas con los agentes multifuncionales seleccionados. Las muestras más representativas se han acondicionado para su caracterización más completa en paquete de trabajo PT6.

A modo de resumen, la evaluación de las tasas de aplicación mediante determinaciones gravimétricas en AINIA condujo a valores que rondaron el 1% en las tasas finales, mientras que en el desarrollo se observaron tasas de hasta un 10% globales con una distribución poco homogénea. En cuanto a las caracterizaciones funcionales, se presentan en la figura 5.2.10 los

resultados correspondientes al tipo WL6, que se comportó de forma distinta al resto de los no tejidos al situarse en medio CO₂-SC, y el tipo WL10 como representante del resto de los sustratos no tejidos por ser el más próximo en composición al WL6. En la tabla 5.2.5 se pueden ver las características de cada uno de los sustratos no tejidos indicados, así como las referencias correspondientes a su impregnación supercrítica con rosa mosqueta

Tabla 5.2.4 Composición de probetas caracterizadas antes y después de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta

REF.	Tipo de sustrato no tejido	Componentes	PORCENTAJE (%)	GRAMAJE (g/m ²)
WL10	WL – GA50 (SE70/DA10/PLA20)	SeaCell (≤ 3mm)	70	50
		Danufil® KS (5mm)	10	
		PLA (3mm)	20	
WL10-IM	WL10 (WL-GA50) Funcionalizado mediante impregnación supercrítica	Rosa mosqueta	1% aprox	
WL16	WL – PQ60 (SE70/LY10/PLA20)	SeaCell (≤ 3mm)	70	60
		Danufil® KS (5mm)	10	
		PLA (3mm)	20	
WL16-IM	WL – PQ60 Funcionalizado mediante impregnación supercrítica	Rosa mosqueta	1% aprox	

En cuanto a la elasticidad, los resultados disponibles indican una mejora muy significativa en aquellas muestras impregnadas con rosa mosqueta en medio supercrítico respecto a las no impregnadas, según se puede apreciar en la figura 5.2.10 (reducción de la viscoelasticidad, que implica aumento en la elasticidad),. Además, mientras ambos sustratos llevaron a aumentos de la viscoelasticidad respecto al placebo, las muestras funcionalizadas con rosa mosqueta mitigaron en el casos del sustrato WL16 ese aumento hasta prácticamente no generar efecto y en el WL10, se observaron a reducciones significativamente más altas que las del placebo. Además, dado que el comportamiento del sustrato WL10 al ponerse en contacto con CO₂ supercrítico se asemejó a otros no tejidos, se considera que estos resultados pueden ejemplificar los de otros casos. Los resultados disponibles llevan a concluir que el tratamiento de impregnación supercrítica de los no tejidos con rosa mosqueta permite dotar a cosmetotextiles de capacidades de mejora de la elasticidad de la piel.

Respecto a la mejora en pérdida de agua transepidérmica, que se relaciona con la mejora de la función barrera de la piel y/o una regeneración dérmica, los resultados son mejores en aquellas muestras impregnadas con rosa mosqueta en medio supercrítico respecto a los obtenidos con muestras sin funcionalizar, ya que la reducción en la pérdida de agua transepidérmica fue mucho mayor (figura 5.2.11). Mientras los sustratos no tejidos dieron lugar a aumentos en la pérdida de agua transepidérmica respecto a un placebo, la influencia de sustancias extraídas e impregnadas con CO₂ supercrítico llevo no sólo a compensar ese comportamiento sino a llevar pérdidas de agua inferiores a las de dicho placebo. Por tanto se concluye que la aplicación de de rosa mosqueta mediante CO₂ supercrítico sobre los no tejidos proporciona a los cosmetotextiles una funcionalidad positiva respecto a la pérdida de agua transepidérmica.

Figura 5.2.10 Características de probetas caracterizadas antes y después de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta: viscoelasticidad

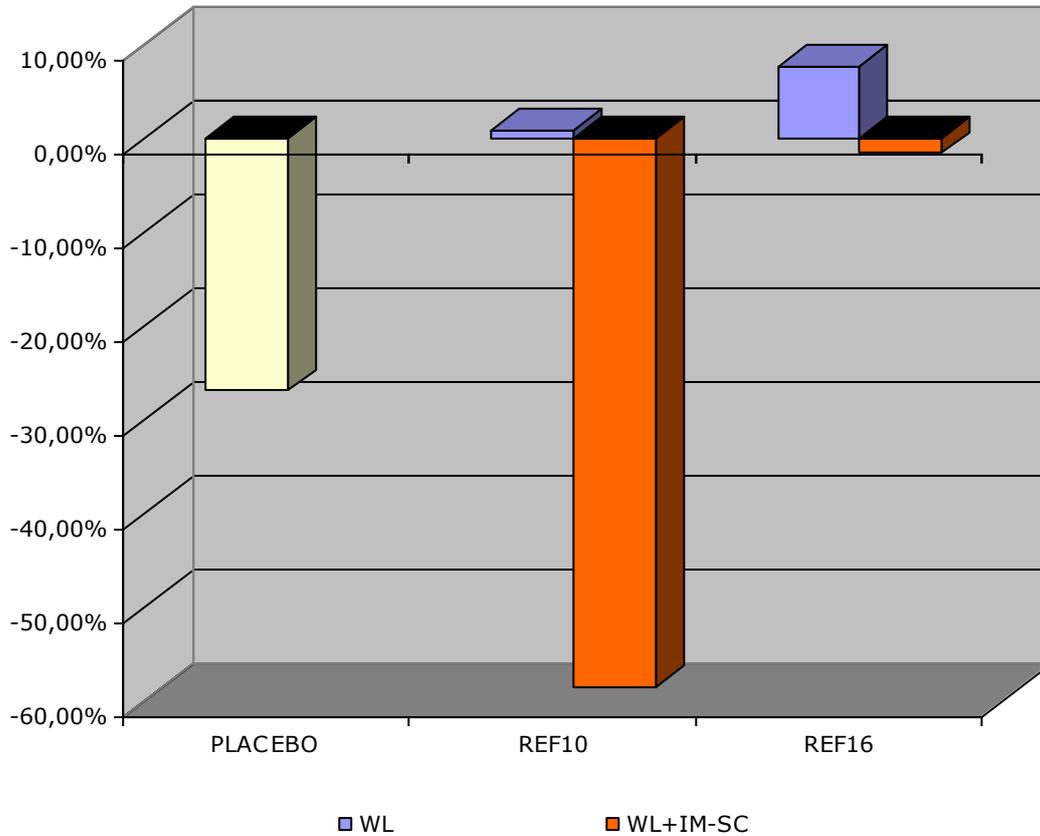
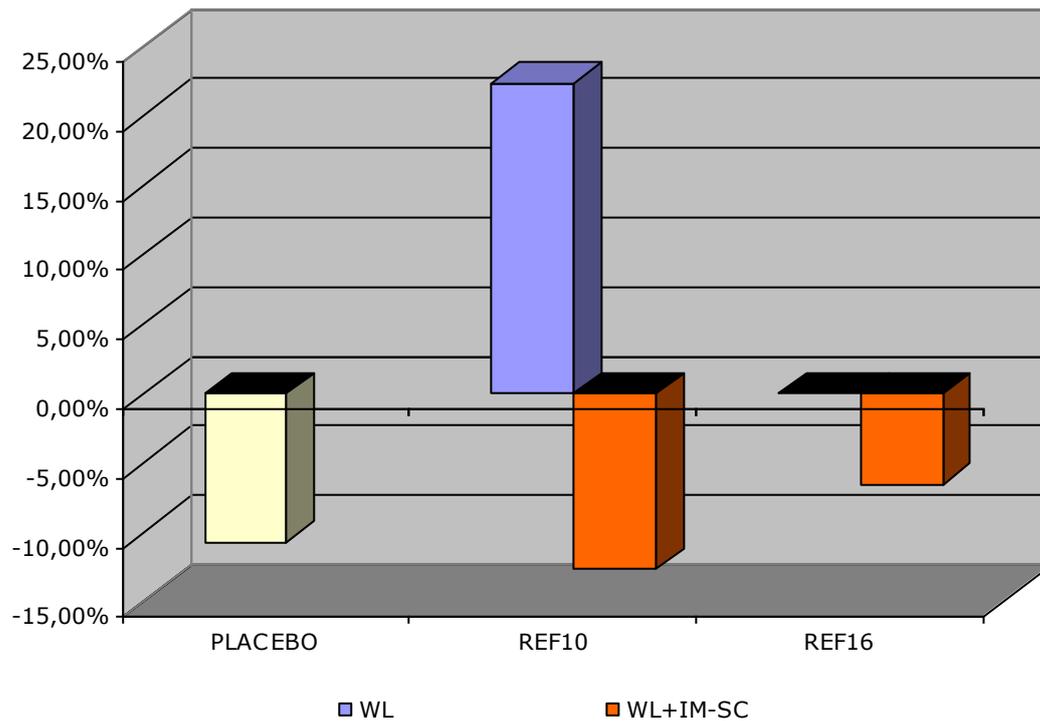
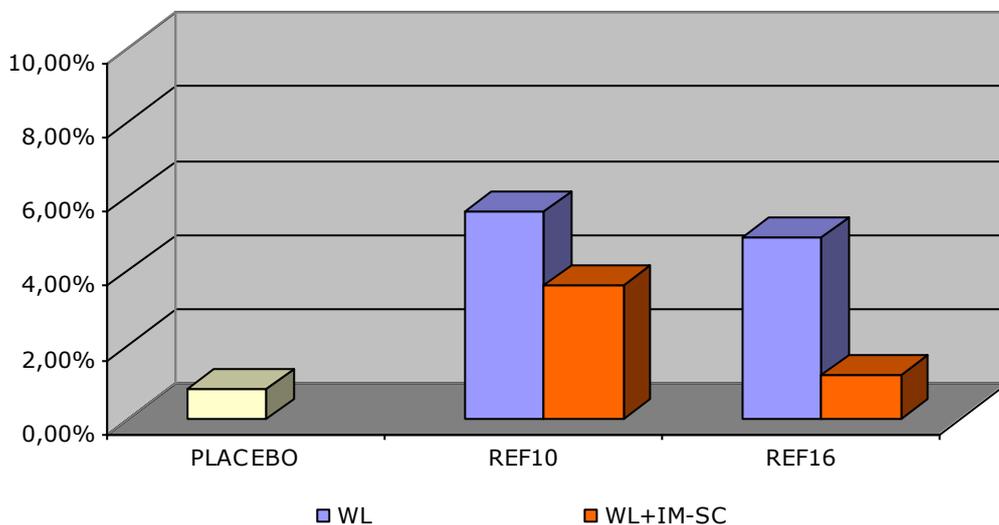


Figura 5.2.11 Características de probetas caracterizadas antes y después de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta: pérdida de agua



Respecto al efecto hidratante, resultó menos favorable en muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico que en muestras con muestras no funcionalizadas. Dado que entre las propiedades atribuidas al aceite de rosa mosqueta se encuentra cierta capacidad hidratante a nivel superficial, se considera que este efecto puede tener interrelación con la mejora de la función barrera de la piel. No obstante, puesto que ambos tipos de muestra (no tejidos sin y con rosa mosqueta) condujeron a niveles de hidratación superiores al placebo y que la funcionalización con rosa mosqueta normalmente tiene por objetivo otras funcionalidades intrínsecamente vinculadas a las propiedades atribuidas a su aceite, se considera que la impregnación supercrítica en sí puede ser un método apropiado para incorporar sustancias multifuncionales manteniendo parte del efecto hidratante asociado a la composición del sustrato.

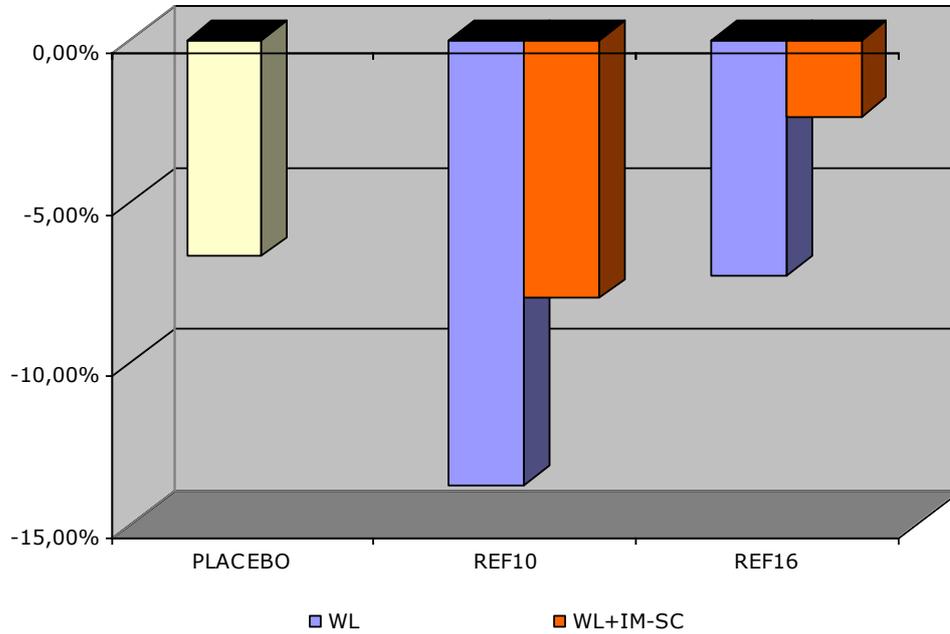
Figura 5.2.12 Características de probetas caracterizadas antes y después de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta: efecto hidratante



En cuanto a la firmeza, si se comparan muestras impregnadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y muestras sin tratar, los resultados son peores en aquellas muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico ya que la reducción es menor conforme se puede apreciar en la figura 5.2.13. Esta reducción se produjo en un grado distinto del tipo de muestra de no tejido, dado que se mantuvo un efecto superior al del placebo en el caso WL10 mientras que en el WL16 se obtuvo un valor inferior a dicho placebo.

Además de estas propiedades funcionales, la caracterización de las muestras en cuanto a su actividad antibacteriana antes y después de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta y por tanto se concluye que el tratamiento con rosa mosqueta en condiciones supercríticas no afecta a esta propiedad, atribuible a las características intrínsecas del sustrato no tejido.

Figura 5.2.13 Características de probetas caracterizadas antes y después de la impregnación supercrítica con rosa mosqueta: firmeza



Por tanto, la impregnación supercrítica constituye una alternativa tecnológica viable para proporcionar a materiales cosmetotextiles funcionalidades asociadas a la naturaleza de la sustancia multifuncional con la que se desea funcionalizar (por ejemplo, mejora de la elasticidad o reducción de la pérdida de agua transepidérmica u otras no estudiadas como la capacidad regenerante) sin afectar negativamente a funcionalidades ligadas a la naturaleza del sustrato textil (como en el caso de la actividad antimicrobiana) o manteniendo al menos parcialmente el efecto (como en el caso de la hidratación).

Paquete de trabajo Nº	6	Fecha de comienzo: 03/2016	Fecha de fin: 12/2016
Acrónimo participante responsable de este paquete de trabajo:	AITEX		
Acrónimos otros participante en este paquete de trabajo:	AINIA		
TRL asociado/s al PT	No procede. Caracterización.		
Título del paquete de trabajo	Caracterización de propiedades funcionales de cosmetotextiles. Reingeniería de producto.		

Objetivos:

El objetivo principal de este paquete de trabajo ha sido la caracterización de propiedades textiles y funcionales de los sustratos textiles impregnados con principios activos de origen natural en medio supercrítico. Aquellos sustratos seleccionados en el paquete de trabajo 4 en base a sus características técnicas, han sido funcionalizados en condiciones supercríticas, es decir, éstos han sido impregnados con principios activos de origen natural procedentes de especies vegetales autóctonas de la Comunidad Valenciana. Es en este paquete de trabajo se ha analizado el efecto asociado a este proceso de impregnación altamente ecológico, en términos de modificación de propiedades de los sustratos textiles.

Descripción del trabajo (tareas):

Tarea 6.1.- Comparativa de la tasa de aplicación de principios activos de origen natural en medio supercrítico frente a los procesos clásicos de acabado de textiles (AITEX, AINIA).

Esta primera actividad del sexto paquete de trabajo ha comprendido el análisis de la cantidad total de principio bioactivo aplicado sobre los sustratos textiles mediante el empleo de CO₂ en condiciones supercríticas comparando los valores obtenidos con las tasas de aplicación obtenidas mediante procesos convencionales de acabado de textiles.

En línea con lo expuesto en las investigaciones del paquete PT5, se procedió a evaluar mediante técnicas gravimétricas en AINIA la cantidad total de principio bioactivo aplicado sobre los sustratos textiles con CO₂ en condiciones supercríticas. Las determinaciones realizadas sobre pruebas intermedias llevaron a un intervalo amplio de tasas de aplicación, presentando una distribución más homogénea en probetas con tasas de aplicación sensiblemente más bajas que las tasas superiores (de hasta 10% globales con tiempos de procesado cortos con una distribución no uniforme). En la tabla 6.6.1 se recogen los datos correspondientes a las probetas de cinco tipos de sustratos textiles no tejidos identificados como más interesantes de cara a la evaluación de las propiedades funcionales de los cosmetotextiles.

Tabla 6.1.1 Tasas de aplicación experimentales correspondientes a la impregnación supercrítica con rosa mosqueta de probetas de cinco sustratos textiles no tejidos

Referencia probeta	IM-CRJ25-1102	IM-CRJ25-3202	IM-CRJ25-3110	IM-CRJ25-4210	IM-CRJ25-1114	IM-CRJ25-4214	IM-CRJ25-2116	IM-CRJ25-3216	IM-CRJ25-2129	IM-CRJ25-4229
Fuente de sustancias multifuncionales	Rosa Mosqueta									
Tipo de sustrato no tejido	2	2	10	10	14	14	16	16	29	29
masa inicial (g)	8,02	8,01	7,45	7,38	6,7	6,63	8,39	8,46	9,81	9,95
% variación másica (tasas de aplicación)	1,0%	0,9%	1,6%	1,2%	1,0%	-0,2%	0,1%	1,6%	0,1%	1,4%

La selección de parámetros de proceso dio lugar a una distribución de concentraciones de alrededor de 1% salvo en algunas probetas de esta serie, que en ningún caso superaron el 2%.

Por otro lado, para la cuantificación de las tasas de aplicación, AITEX ha contado con la colaboración de la Universidad de Alicante (UA) encargada de realizar el estudio del contenido total de principios activos de origen natural presentes en el no tejido funcional y de determinar la velocidad a la que tiene lugar la cesión de dicho principio activo desde el propio no tejido hasta una disolución que simula el sudor humano presente en la epidermis.

Los trabajos del estudio de contenido de principios activos en las muestras no tejidas, se iniciaron con textiles tratados con romero, pero finalmente el estudio se ha realizado con textiles tratados con rosa mosqueta tanto en medio supercrítico con mediante procesos convencionales de estampación textil.

Todas las muestras analizadas presentaron un contenido de extracto de rosa mosqueta inferior a lo esperado teóricamente, especialmente para las muestras tratadas en medio supercrítico. En lo que se refiere al estudio de liberación, además de tener en cuenta la poca concentración inicial de extracto incorporado, la poca afinidad de ese extracto seleccionado por disolventes acuosos, como es el caso de un simulante de sudor, puede dar lugar a bajos coeficientes de difusión y por lo tanto a bajos valores en el proceso de liberación. El tiempo y la temperatura también son factores importantes a considerar en este tipo de procesos. Se considera que en estudios futuros para esta aplicación se debería tener en cuenta, principalmente, una mayor concentración incorporada de extracto y la selección del extracto utilizado en términos de solubilidad con simulantes acuosos, tales como el de sudor.

Tarea 6.2. Caracterización de propiedades textiles (AITEX).

Esta tarea del paquete 6 se ha centrado en el estudio de propiedades físico-mecánicas de los sustratos funcionalizados por AINIA:

- Determinación de la resistencia a la tracción y capacidad de alargamiento.
- Determinación de la masa laminar.
- Determinación del espesor.

Tras el estudio de las gráficas comparativas del apartado anterior podemos observar que tanto los parámetros estructurales de masa laminar como de espesor no varían excesivamente tras aditivar los prototipos con Rosa Mosqueta mediante el tratamiento de fluidos supercríticos.

En cambio, por el contrario, podemos observar que los valores de la tracción y el alargamiento disminuyen y por lo que se puede concluir que el tratamiento de la tecnología de fluidos supercríticos cuando se añade el aditivo de rosa mosqueta influye sobre la resistencia de no tejidos.

Tarea 6.3. Caracterización de propiedades funcionales (AITEX).

En esta tarea, se han llevado el estudio de las propiedades funcionales de los no tejidos funcionales desarrollados. Además de la realización de ensayos antimicrobianos en los laboratorios de AITEX, se ha contado con la participación de METHODEX en el proceso de análisis de citotoxicidad y efectividad.

Cabe destacar que durante la ejecución del proyecto se han ido descartando no tejidos, y seleccionando aquellos que mejor comportamiento físico-mecánico e incluso mejor efecto antimicrobiano presentaban, para proceder a la impregnación supercrítica con principios activos funcionales. Finalmente y tras el análisis de las muestras, se ha realizado una comparativa teniendo en cuenta diferentes aspectos:

- Actividad antibacteriana

Influencia del tipo de biofibra utilizada para la fabricación de no tejidos: La actividad antibacteriana de los no tejidos, se ha analizado sobre muestras formadas por fibras de quitina, Seacell y Smartcel. Los resultados antibacterianos son positivos para las muestras de Seacell y Smartcel, siendo negativos para las muestras formadas por quitina

Influencia del proceso de calandrado en los no tejidos: La actividad antibacteriana de los no tejidos, se ha analizado sobre muestras calandradas y sin calandrar. Los resultados antibacteriano no varían y por tanto se concluye que el proceso de calandrado no afecta a esta propiedad.

Influencia del tratamiento de las muestras en medio supercrítico: La actividad antibacteriana de los no tejidos, se ha analizado sobre muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y con muestras sin tratar. Los resultados antibacteriano no varían y por tanto se concluye que las condiciones supercríticas no afectan a esta propiedad.

- Efecto hidratante

Medición mediante Corneometer® donde se determina el estado de hidratación de las capas superiores de la epidermis obteniendo valores de capacidad eléctrica son unidades arbitrarias (u.a.). Un aumento de este parámetro significa un aumento en la hidratación de la piel. Las mediciones se han realizado a T0 y T24, y en todos los casos se observa un aumento del efecto hidratante.

Influencia del proceso de calandrado en los no tejidos: Si se compara el efecto hidratante entre muestras calandradas y sin calandrar, no se observan diferencias significativas, y por tanto se concluye que el proceso de calandrado no afecta al efecto hidratante de las muestras.

Influencia del tratamiento de las muestras en medio supercrítico: Si se compara el efecto hidratante entre muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y con muestras sin tratar, los resultados de efecto hidratante disminuyen y por tanto se concluye que las condiciones supercríticas sí que afectan de forma negativa a esta propiedad de los no tejidos.

- Pérdida de agua transepidermica

Medición mediante Tewameter® mide la Pérdida Insensible en Agua (P.I.E. o T.E.W.L. - Trans Epidermal Water Loss), expresada en $g/m^2 \cdot h$, comprende el vapor de agua evaporado en la piel. Una disminución en este parámetro nos muestra una menor pérdida de agua de la piel, es decir, una mejora en la función barrera de la piel y/o una regeneración dérmica.

Influencia del proceso de calandrado en los no tejidos: No conclusiones

Influencia del tratamiento de las muestras en medio supercrítico: Si se compara la pérdida de agua entre muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y con muestras sin tratar, los resultados son mejores en aquellas muestras tratadas con rosa mosqueta en medio

supercrítico ya que la reducción es mayor. Por tanto se concluye que las condiciones supercríticas sí que afectan de forma positiva a esta propiedad de los no tejidos.

- Firmeza

Medición mediante Cutometer®, parámetro R0, Amplitud máxima de la curva descrita tras la succión realizada por la sonda Cutometer®. Una disminución en este parámetro nos indica un aumento en la firmeza de la piel. Se observa una mejor firmeza en todos los casos analizados sin excepción.

Influencia del proceso de calandrado en los no tejidos: Si se compara la firmeza entre muestras calandradas y sin calandrar, los resultados son peores en aquellas muestras calandradas ya que la reducción es menor. Por tanto se concluye que el proceso de calandrado sí que afecta de forma negativa en esta propiedad de los no tejidos.

Influencia del tratamiento de las muestras en medio supercrítico: Si se compara la firmeza entre muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y con muestras sin tratar, los resultados son peores en aquellas muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico ya que la reducción es menor. Por tanto se concluye que las condiciones supercríticas sí que afectan de forma negativa en esta propiedad de los no tejidos.

- Elasticidad

Medición mediante Cutometer®, parámetro R6, Porción de la viscoelasticidad con respecto a la parte elástica de la curva. Una disminución en este parámetro nos indica una mayor elasticidad de la piel.

Influencia del proceso de calandrado en los no tejidos: Si se compara la elasticidad entre muestras calandradas y sin calandrar, los resultados son peores en aquellas muestras calandradas ya que la reducción es menor. Por tanto se concluye que el proceso de calandrado sí que afecta de forma negativa en esta propiedad de los no tejidos.

Influencia del tratamiento de las muestras en medio supercrítico: Si se compara la elasticidad entre muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico y con muestras sin tratar, los resultados mejoran significativamente en aquellas muestras tratadas con rosa mosqueta en medio supercrítico ya que la reducción es mayor. Por tanto se concluye que las condiciones supercríticas sí que afectan de forma muy positiva en esta propiedad de los no tejidos.

Paquete de trabajo Nº	7	Fecha de comienzo: 05/2016	Fecha de fin: 12/2016
Acrónimo participante responsable de este paquete de trabajo:	AINIA		
Acrónimos otros participante en este paquete de trabajo:	AITEX		
TRL asociado/s al PT	No procede. Evaluación.		
Título del paquete de trabajo	Estudio de viabilidad técnica, económica y medioambiental del proyecto.		

Objetivos:

Seguidamente, se presentan los principales objetivos asociados al presente paquete de trabajo:

- Concreción de procesos de extracción supercrítica de compuestos bioactivos de potencial interés en cosmética por sus propiedades multifuncionales y de impregnación supercrítica de sustratos textiles para la generación de cosmetotextiles.
- Análisis de la viabilidad asociada al proceso de fabricación de sustratos textiles intrínsecamente funcionales con aplicación en el desarrollo de cosmetotextiles.
- Establecimiento de la viabilidad de la aplicabilidad productiva de los procesos supercríticos propuestos para la generación de cosmetotextiles, previa determinación del orden de magnitud los costes asociados a los procesos.

Descripción del trabajo (tareas):

Tarea 7.1.- Estudio de factores influyentes en la aplicabilidad a nivel productivo (AINIA, AITEX).

El estudio de la aplicabilidad del proceso estudiado a lo largo del proyecto COSMETOSUP se ha realizado teniendo en cuenta los resultados obtenidos en paquetes de trabajo anteriores, especialmente los correspondientes a los paquetes PT3, PT4, PT5 y PT6.

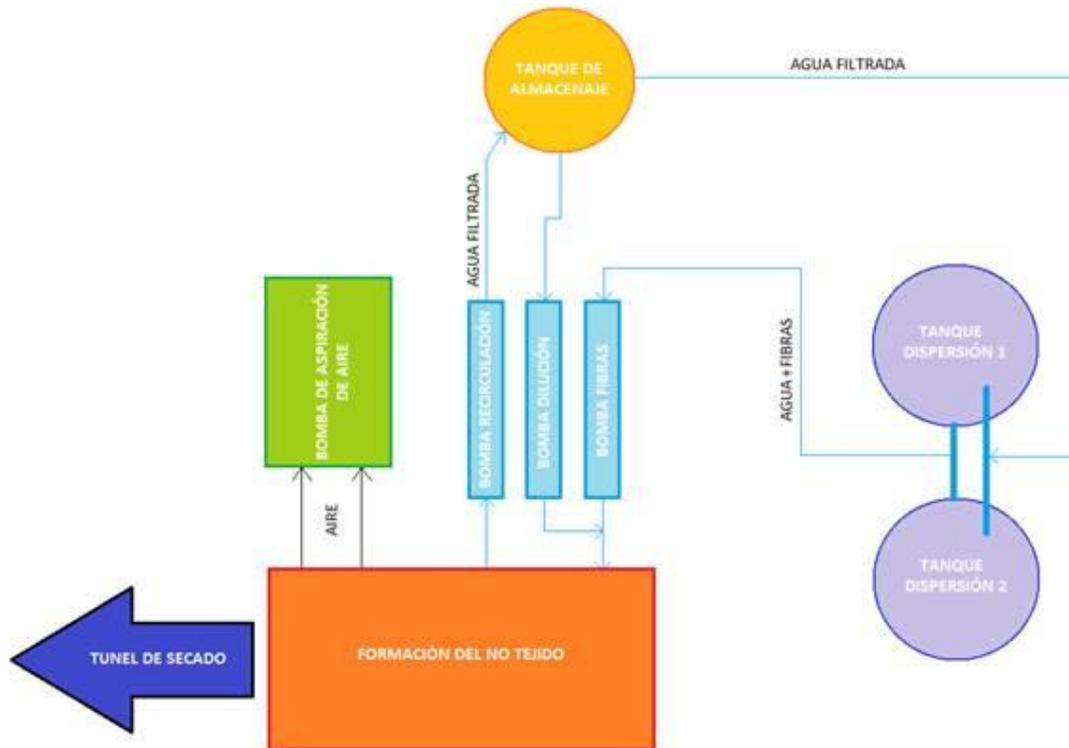
El análisis de los factores de proceso más relevantes se ha estructurado teniendo en cuenta por un lado, las etapas correspondientes a la fabricación del sustrato textil a funcionalizar y por otro, las concernientes al proceso supercrítico de impregnación, que por la configuración de proceso seleccionada, aúna la extracción de los principios activos a impregnar como la propia impregnación supercrítica en sí.

Fabricación de sustratos textiles

El proceso de formación del velo de no tejido mediante la tecnología wet-laid se podría dividir en tres etapas de procesamiento, que se corresponderían a las que se muestran a continuación:

- Proceso de preparación de la mezcla (Zona sistema de dispersión).
- Proceso de formación de los velos de no tejidos (Zona sistema de fourdrinier).
- Proceso de secado de los velos (Zona de consolidado)

Figura 7.1.1. Esquema de funcionamiento del sistema de formación de no tejidos wet-laid.



Por tanto, durante el desarrollo de los no tejidos ha sido importante llevar a cabo la optimización de los siguientes factores que intervienen en el proceso de wet laid y que influyen en la obtención de los no tejidos:

- Velocidad del sistema de dispersión de la mezcla de fibras en el baño acuoso.
- Tiempo de dispersión de la mezcla de fibras en el baño acuoso.
- Concentración de cada tipo de fibras.
- Velocidad de las bombas del sistema furdinier.
- Velocidad de la telera del sistema furdinier.
- Temperatura del secadero.
- Tiempo de secado del velo.
- Temperatura de la calandra

Por tanto, cada uno de los no tejidos wet laid desarrollado, está definido por cada uno de los factores que influye durante el proceso de obtención.

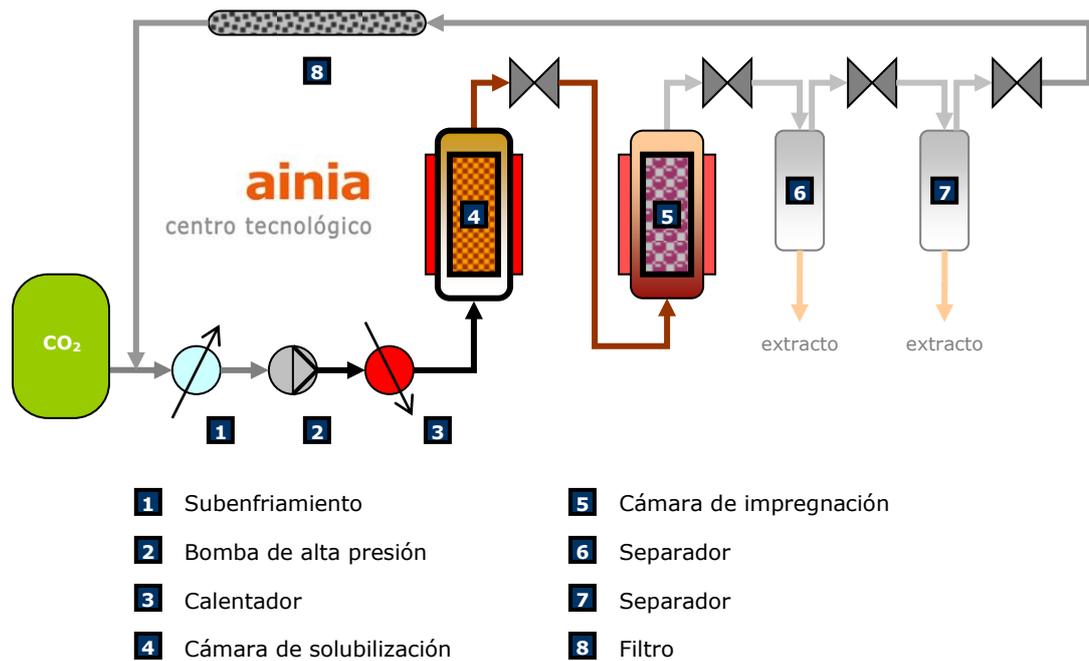
Extracción e Impregnación supercrítica

En la figura 7.1.2 se muestra el diagrama de bloques correspondiente a la configuración del proceso de impregnación concretada como resultado de las investigaciones.

En el proceso de impregnación supercrítica de las probetas de sustratos textiles, de acuerdo al esquema presentado en la figura 5.2.1 el dióxido de carbono, previo subenfriamiento [1], se bombea [2] y se acondiciona térmicamente [3] para alcanzar las condiciones de trabajo en cuanto a presión y temperatura y ponerlo en contacto con la sustancia con actividad multifuncional [4] para su solubilización. La corriente de gas denso con el soluto solubilizado se

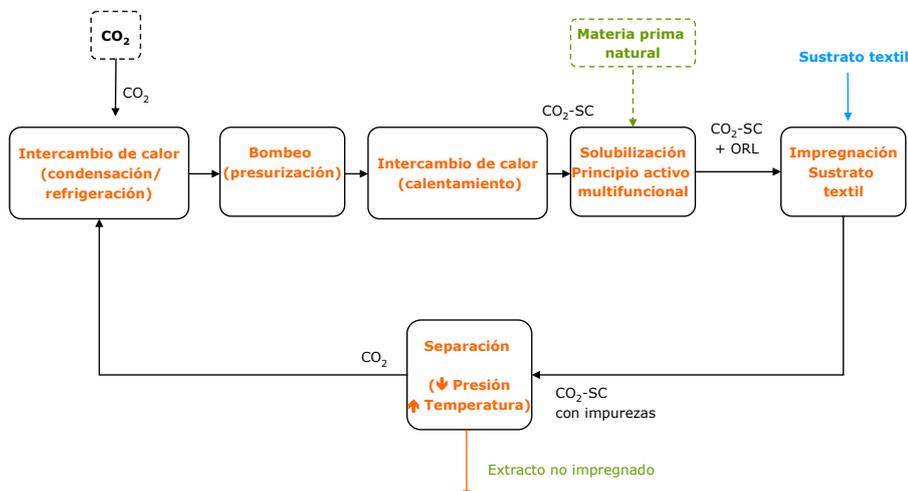
hace pasar a través de la matriz a impregnar [5] y desde la salida se hace pasar a los separadores [6, 7], donde se modifican las condiciones para hacer precipitar aquellas sustancias que se hayan podido recuperar junto con el dióxido de carbono y posibilitar la recirculación del CO₂ tras pasar a través de un filtro [8]. Transcurrido el periodo de tiempo seleccionado, se pasa a despresurizar el equipo, aplicando una velocidad de despresurización moderada para evitar problemas asociados al proceso. Finalmente, bajo condiciones de presión atmosférica, se procede a recuperar la matriz impregnada [4] y el remanente de la sustancia activa no solubilizada [5].

Figura 7.1.2 Esquema del proceso de impregnación en condiciones supercríticas



En la figura 7.1.3 se muestra el diagrama de bloques correspondiente a la configuración del proceso descrita.

Figura 7.1.3 Diagrama de bloques del proceso



Los resultados obtenidos en los paquetes de trabajo anteriores han llevado a identificar como factores más influyentes en la fase de extracción:

- la metodología de preparación de la materia prima y especialmente, los pretratamientos de reducción de tamaño de partícula
- la presión necesaria para la extracción supercrítica de los principios activos
- la temperatura necesaria para la extracción supercrítica de los principios activos
- el flujo de CO₂-SC, que debe situarse en un valor adecuado para favorecer la cinética de la extracción de la extracción
- la altura del lecho de extracción, definida por la cantidad de materia prima utilizada en cada ciclo
- la cantidad de CO₂ aplicada sobre cada carga de materia prima, que con el flujo definen el tiempo de proceso

El proceso de impregnación supercrítica seleccionado aún en un mismo proceso tanto la extracción de los principios activos como la impregnación de los sustratos, por lo que se añaden nuevos factores con una influencia notable en el proceso, entre los que cabe destacar

- la metodología de colocación de los sustratos textiles en el interior de la cámara de impregnación supercrítica, pudiendo implicar el diseño de elementos auxiliares como soportes
- la distribución de la corriente de CO₂ con la sustancia bioactiva, para propiciar una funcionalización uniforme en el sustrato
- el flujo de CO₂-SC, que debe situarse en un valor adecuado para favorecer la difusión efectiva de las sustancias multifuncionales en el sustrato textil
- la cantidad de CO₂ aplicada sobre cada carga de materia prima, para que la tasa de aplicación sea la deseada ya que cantidades demasiado pequeñas podrían dar lugar a niveles insuficientes y tasas demasiado altas podrían propiciar la eliminación progresiva de la sustancia activa una vez impregnada
- la presión de impregnación supercrítica de los principios activos
- la temperatura necesaria para la extracción supercrítica de los principios activos
- la velocidad de despresurización para evitar efectos indeseados sobre el producto final

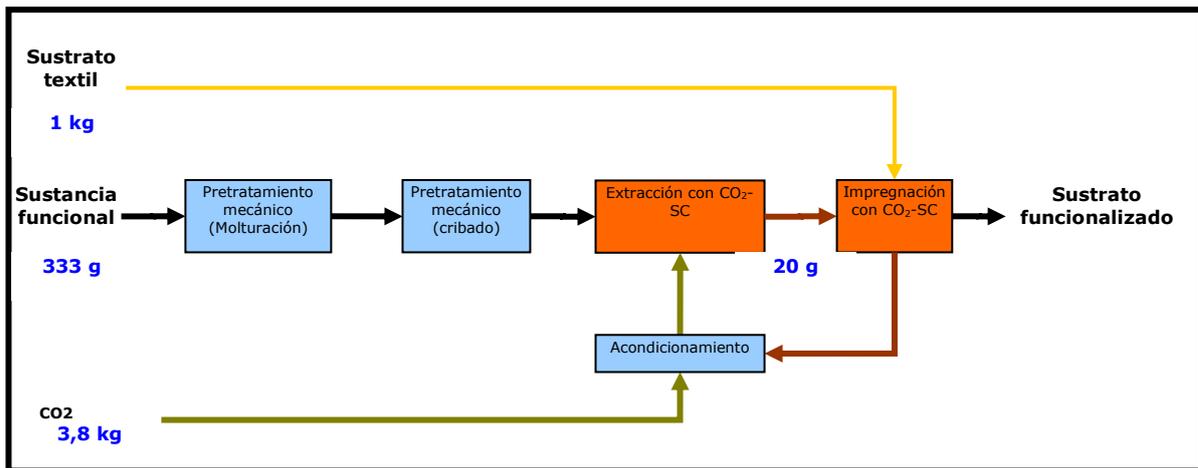
Teniendo en cuenta estas variables relevantes, se ha logrado obtener un conjunto de primeros prototipos que han permitido contrastar la aptitud de la tecnología como alternativa innovadora para la generación de nuevos productos cosmetotextiles.

Como bases de proceso, se han considerado las siguientes bases de partida

Variable	Valor
Presión de extracción Temperatura de extracción	300-340 bar 60 °C
Presión de impregnación Temperatura de impregnación	200-300 bar 60 °C
Flujo de CO ₂ -SC Tiempo efectivo de proceso	8 kg/h 2h
Rendimiento de extracción Tasa de aplicación	5,5% 1-2%

Sobre esta base se ha procedido al diseño básico de una posible instalación para el proceso, cuya configuración se muestra en la figura 7.1.4 y al cálculo de las cantidades de sustancias (materia prima fuente del principio activo y CO₂) a emplear para tratar una cantidad conocida de material textil. Para ello, se ha establecido como base de cálculo 1 kg de sustrato textil, conforme se recoge en el diagrama de flujo de la figura 7.1.5

Figura 7.1.5 Diagrama de flujo del proceso de impregnación supercrítica: relaciones corrientes de materiales (balances de materia) para un batch de sustrato textil



Tarea 7.2.- Estudio de viabilidad: aspectos técnicos, económicos y medioambientales (AINIA, AITEX).

En función de los procesos concretados en la tarea 7.1, se ha procedido a estimar los costes de proceso de cara a tenerlo en cuenta en la valoración de la viabilidad técnico-económica, así como se ha analizado la viabilidad medioambiental.

Fabricación de sustratos textiles

- Viabilidad técnica:

Como bien se ha podido comprobar durante la consecución del proyecto, el desarrollo de los no tejidos cosmetotextiles se ha conseguido de forma satisfactoria. Los no tejidos desarrollados presentan unas buenas características de tipología y de propiedades adecuadas para su utilización en sectores médico/cosméticos. Por lo que la utilización de dichas biofibras y tecnologías de fabricación son perfectamente viables. La utilización de las biofibras, además representa una ventaja técnica ya que minimiza en gran medida la utilización de tecnologías adicionales para otorgarles a los no tejidos de las propiedades que ya tienen dichas biofibras de forma intrínseca, como antibacterias, antifúngicas, regenerantes, etc.

- Viabilidad económica

En primer lugar se ha llevado a cabo un estudio de los datos relativos al consumo energético, para proceder al cálculo de los diferentes procesos necesarios para la producción de tejidos no tejidos wet laid con fibras funcionales. Toda vez se han calculado los costes asociados al proceso de preparación y triturado de fibras, y de producción de los no tejidos wet laid a escala de laboratorio, se ha determinado el coste para cada uno de los prototipos desarrollados teniendo en cuenta su gramaje y composición.

A continuación se muestra el coste final de cada no tejido wet laid a escala de laboratorio:

Tabla7.2.1. Coste final de los no tejidos wet-laid.

NO TEJIDO	COSTE (€/m ²)
Ref. 1WL (WL – GA50 (QI60/LY20/PLA20))	2,40
Ref. 2WL (WL – GA50 (QI70/LY10/PLA20))	2,44
Ref. 3WL (WL – GA50 (SE60/LY20/PLA20))	2,52
Ref. 4WL (WL – GA50 (SE70/LY10/PLA20))	2,58
Ref. 5WL (WL – GA50 (SM60/LY20/PLA20))	2,52
Ref. 6WL (WL – GA50 (SM70/LY10/PLA20))	2,58
Ref. 10WL (WL – GA50 (SE70/DA10/PLA20))	2,56
Ref. 13WL (WL – PQ60 (QI60/LY20/PLA20))	2,51
Ref. 14WL (WL – PQ60 (QI70/LY10/PLA20))	2,56
Ref. 15WL (WL – PQ60 (SE60/LY20/PLA20))	2,51
Ref. 16WL (WL – PQ60 (SE70/LY10/PLA20))	2,56
Ref. 17WL (WL – PQ60 (SM60/LY20/PLA20))	2,65
Ref. 18WL (WL – PQ60 (SM70/LY10/PLA20))	2,73
Ref. 25WL (WL – TH70 (QI60/LY20/PLA20))	2,62
Ref. 26WL (WL – TH70 (QI70/LY10/PLA20))	2,68
Ref. 29WL (WL – TH70 (SM60/LY20/PLA20))	2,78
Ref. 34WL (WL – TH50 (SE70/VI10/PLA20))	2,56

En base a la experiencia que tiene AITEX en el cálculo de costes y su comparativa a nivel industrial y de laboratorio, la diferencia del coste por metro cuadrado (€/m²) de no tejido es bastante grande. Esta diferencia suele rondar entre 0,70 – 1 (€/m²), según la tipología de fibra utilizada y gramaje. Por tanto, la reducción del coste de obtención de los no tejidos wet laid es bastante evidente a escala industrial. Según esta reducción los precios son bastante competitivos si se comparan con los que se pueden encontrar comercialmente.

- Viabilidad medioambiental

Como se ha podido observar en el presente documento el desarrollo de los no tejidos mediante la tecnología de wet-laid y de carda minimiza el impacto medioambiental al máximo ya que son tecnologías bastante respetuosas con el medioambiente por las propias características que poseen. En cuanto a la utilización de las biofibras con propiedades intrínsecas representa una ventaja a los que se pueden encontrar actualmente ya que no necesitan o minimizan los procesos adicionales para proporcionar a los no tejidos de propiedades de antibacterias, antifúngicas, etc.

Impregnación supercrítica

- Viabilidad técnica:

Las investigaciones llevadas a cabo a lo largo del proyecto han llevado a establecer la viabilidad técnica del proceso de extracción e impregnación supercrítica de sustratos no tejidos para la fabricación de cosmetotextiles. Los resultados de la caracterización de los prototipos obtenidos a escala piloto apuntan en esta dirección por las buenas características funcionales de importancia cosmética y hacen que tenga sentido plantear el escalado del proceso a un nivel productivo.

Teniendo en cuenta como base de cálculo el tratamiento de 1 kg de sustrato textil no tejido por cada batch, se ha pasado a calcular el volumen de la cámara de tratamiento.

Características del sustrato textil no tejido		
Variable	Valor	Unidades
Masa laminar	50	g/m ²
Espesor	1.25	mm
Factor de compactación	0.5	
Densidad	20	g/L
Cálculo del volumen de la cámara de tratamiento		
Masa de textil no tejido por carga	1	Kg
Volumen de la cámara de tratamiento	50	L
Cálculo de la cantidad de materia prima natural por carga de sustrato textil		
Tasa de aplicación	2%	
Rendimiento de extracción	6%	
Factor de eficacia	0.5	
Cantidad de materia prima necesaria por carga de sustrato textil	666	g
Cálculo de la cantidad de materia prima natural por extractor		
Volumen de la cámara de tratamiento	50	L
Densidad de la materia prima natural	0.5	Kg/L
Factor de llenado	0.9	
Cantidad de materia prima por extractor	22,5	Kg
Nº de ciclos de impregnación de sustrato por extractor de MP	33	

De este modo, los parámetros de proceso permiten presurizar y despresurizar la cámara de tratamiento de impregnación para ir tratando sucesivos batch de sustrato textil mientras que la cámara de extracción puede permanecer presurizada continuando la extracción a lo largo de series largas de lotes de sustratos. Esta premisa requiere contraste experimental para validar que a lo largo del tiempo, las características funcionales de los sustratos textiles siguen siendo válidas.

Bajo esta premisa, se ha pasado a la estimación de los costes en función de los consumos energéticos así como a la valoración de las emisiones de dióxido de carbono equivalentes asociadas., cuestiones a tener en cuenta en la evaluación de la viabilidad no sólo técnica sino económica y medioambiental. El entregable E.7.1 incluye los datos más relevantes del estudio de viabilidad realizado.

- Viabilidad económica

Se ha llevado a cabo un estudio de los datos relativos al consumo energético y de materiales en función de los parámetros de proceso definidos con anterioridad, para proceder al cálculo teniendo en cuenta las dos etapas que tienen lugar de forma simultánea en el proceso, es decir, extracción supercrítica e impregnación supercrítica.

Dados los intervalos de variación de las características entre los prototipos de sustratos no tejidos, se ha procedido a considerar las premisas expuestas en cuanto al escalado del proceso. En la estimación se ha aplicado el know-how de AINIA en el diseño y operación de instalaciones de distinto tamaño, desde piloto (PFS20) hasta escala industrial (ALTEX).

Figura 8. Equipo PFS20



Figura 9. Instalación ALTEX (4 extractores, 1000 L de capacidad)



El coste asociado a la producción bajo las premisas expuestas se verá muy influenciado por el ajuste y optimización de las condiciones de proceso (especialmente la preparación de las materias primas y más concretamente, el sustrato textil) así como por el tamaño de lote de producción (es decir, la cantidad total a tratar de forma ininterrumpida en cada serie de procesos sucesivos en las mismas condiciones). A título orientativo del orden de magnitud, la estimación apuntaría a unos costes de tratamiento del orden de 1-2 euros por metro cuadrado de sustrato textil no tejido, si bien los ajustes del proceso en el escalado puede dar lugar a importes unitarios por debajo de este intervalo.

- Viabilidad medioambiental

La propia naturaleza del proceso implica la reutilización de los extractos obtenidos en sucesivos ciclos de impregnación, limitándose los efluentes que requieren acondicionamiento a los cambios de producto a impregnar. Por tanto, en el caso de que se dedique una instalación a un único principio activo multifuncional, la generación de dichos efluentes quedarían circunscritos a labores de acondicionamiento periódico, mantenimiento, reparaciones, con un impacto muy limitado en comparación con otros procesos alternativos de aplicación.

Asimismo, la ausencia de corrientes auxiliares de naturaleza acuosa u orgánica hace que el impacto medioambiental se corresponda con el propio uso del CO₂ y los consumos energéticos, que son moderados dados los niveles de temperatura utilizados. Estas circunstancias así como la consideración GRAS del CO₂ (Generally Recognised as Safe), sustentan la consideración de los procesos supercríticos con dióxido de carbono dentro de la química verde (Green Chemistry) y medioambientalmente sostenibles, de interés en la evolución de los procesos productivos hacia escenarios más ecoeficientes y respetuosos con el ambiente.

Paquete de trabajo Nº	8	Fecha de comienzo: 01/2016	Fecha de fin: 12/2016
Acrónimo participante responsable de este paquete de trabajo:	AITEX		
Acrónimos otros participante en este paquete de trabajo:	AINIA		
Título del paquete de trabajo	Difusión de los resultados del proyecto		

Descripción del trabajo:

En este paquete de trabajo se ha abordado el análisis de los resultados obtenidos en los paquetes de trabajo de tipo técnico y la posterior difusión de los mismos empleando diferentes canales tales como: publicaciones en revistas de carácter técnico y/o de divulgación, comunicaciones a congresos, trabajos de investigación, inclusión de contenidos en portal web de los participantes en el proyecto, etc.

Esta labor ha quedado perfectamente definida en el Plan de Difusión del Proyecto elaborado en la primera anualidad del proyecto, en consonancia con los objetivos perseguidos en esta iniciativa.

A través de este Plan se ha definido la tipología de las acciones de divulgación más idóneas atendiendo a la naturaleza del proyecto. Asimismo, se ha recogido la programación en el tiempo de las actuaciones a realizar, atendiendo a criterios de prioridad, tanto de ambos Institutos, como de los propios Grupos de Investigación del proyecto. Para cada acción de difusión se han considerado diversos canales de divulgación, entre los cuales se han seleccionado lo que se ajustan más a las necesidades y posibilidades en el Proyecto, a saber:

- a) Difusión a través de las webs de AITEX y AINIA.
- b) Publicación de Notas de Prensa para su aparición en forma de noticia en los periódicos de mayor relevancia.
- c) Publicación en la revista alimentaria "Tecnoalimentalia" de AINIA, en la revista de AITEX "AITEX Review" y en aquellos medios de comunicación que se consideren oportunos.
- d) Entre otras publicaciones, los resultados se recogerán en un artículo técnico que se dirigirá a alguna de las principales revistas técnicas del sector textil, biotecnológico, cosmético y de procesado de materiales poliméricos.
- e) Comunicación de los resultados de las investigaciones en el seno de diversas ferias textiles en las que se exponen productos de relevancia técnica elevada.
- f) Comunicación a una selección de las empresas asociadas y clientes de AITEX y AINIA en función de criterios filtro para acotar el espectro más directamente relacionado con el proyecto para

concretar reuniones personalizadas con empresas. Estas reuniones, por la experiencia de ambos Institutos, suelen ser muy productivas.

- g) Publicación de artículos de investigación y/o comunicaciones en congresos.

Tanto AITEX como AINIA son organismos de Investigación sin ánimo de lucro que trabajan al servicio de sus correspondientes sectores industriales, es por ello que la política de ambas instituciones es ser permeables en cuanto a los resultados de la investigación con el fin de transferirlos de forma inmediata. En esta línea, el Plan de Difusión se ha orientado a hacer accesible a todos los interesados los resultados de la presente investigación. Finalmente, se debe destacar que en toda actuación de difusión que se ha realizado, se ha hecho referencia expresa a los fondos que subvencionan el presente proyecto COSMETOSUP II.