









## Contenido

1.	FICHA TECNICA DEL PROYECTO	4
2.	ANTECEDENTES Y MOTIVACIONES	6
3.	OBJETIVOS DEL PROYECTO	8
4.	PLAN DE TRABAJO	10
F	FASE 1. PLANIFICACIÓN TÉCNICA	11
	T1.1 Planificación técnica	11
F	-ASE 2. EJECUCIÓN TÉCNICA	16
	T2.1. Desarrollo de formulaciones y formato de presentación	16
	T2.2. Estudio de la transferencia de propiedades del detergente al usuario	51
	T2.3 Desarrollar e implementar métodos de evaluación de las propiedades funcionales	62
	T2.4. Coordinación técnica y validación	68
F	-ASE 3. TRANSFERENCIA DE CONOCIMIENTO Y DIFUSIÓN	68
	T3.1. Transferencia de conocimiento y difusión	68
5.	RESULTADOS OBTENIDOS	70
6.	IMPACTO EMPRESARIAL	75
7.	COLABORADORES EXTERNOS DESTACADOS	77





# 1. FICHA TECNICA DEL PROYECTO





Nº EXPEDIENTE	IMAMCI/2020/1
TÍTULO COMPLETO	INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO DE FORMULACIONES DETERGENTES QUE APORTEN PROPIEDADES FUNCIONALES A LA PIEL Y LA SALUD DEL USUARIO
PROGRAMA	Plan de Actividades de Carácter no Económico 2020
ANUALIDAD	2020
PARTICIPANTES	AITEX
COORDINADOR	AITEX
ENTIDADES FINANCIADORAS	IVACE – INSTITUT VALENCIÀ DE COMPETITIVITAT EMPRESARIAL <u>www.ivace.es</u>
ENTIDAD SOLICITANTE	AITEX
C.I.F.	G03182870

Este proyecto cuenta con el apoyo de la Conselleria d'Economia Sostenible, Sectors Productius i Treball, a través de IVACE (Institut Valencià de Competitivitat Empresarial)









# 2. ANTECEDENTES Y MOTIVACIONES





En términos globales, el sector de Jabones y Detergentes en España mueve un volumen de ventas cercano a los 3.400M € (fuente: Estudio IFEDES Desarrollo de Negocio. Informe sobre el sector de Jabones y detergentes en la Comunidad Valenciana y España, 2019). La variedad de detergentes y suavizantes en el mercado es tan amplia como las necesidades y expectativas de los usuarios de manera que, buscando la diferenciación de la competencia, las empresas del sector deben innovar cada vez más en productos que aporten valor añadido y funcionalidades de interés que no se queden solamente en obtener una ropa más limpia o más blanca.

En el mercado podemos encontrar detergentes bajo diferentes formatos (líquido, polvo, cápsulas) y suavizantes con diferentes fragancias (lavanda, jazmín, combinación cítrica, rosa, etc.). Pese a la buena evolución de este sector, los fabricantes de detergentes apuestan cada vez más en potenciar sus productos en cuanto a fiabilidad, funcionalidad y sostenibilidad, apoyados también en la experiencia de uso. En el mercado actual todavía no se encuentran demasiados productos de detergencia y limpieza que se preocupen por la salud y el bienestar del usuario, en el sentido de poder 'transferir' propiedades de interés o una funcionalidad concreta desde el producto detergente hacia la ropa, y desde esta hacia la piel del usuario. Igualmente, tampoco existen demasiados ejemplos de productos detergentes que, pese a ser demandados y tener segmentos de consumidores potentes como los millennials o las personas senior (fuente: Kantar Worldpanel, 2017), sean altamente respetuosos con el cuidado del medio ambiente, estén fabricados con precursores de origen natural o renovable y cuenten con cero alérgenos y sean nada nocivos.

Es por ello, que AITEX planteó desarrollar diferentes formulaciones detergentes y suavizantes que aporten propiedades funcionales a la piel y la salud del usuario, a partir de la investigación de aditivos y compuestos funcionales líquidos y sólidos de interés. Es la continuación del proyecto FUNDETEX, en el que se estudiaron diferentes aditivos funcionales (antimosquitos, hidratantes, anticelulíticos, etc.), se determinó la compatibilidad, estabilidad y capacidad de mezcla (a diferentes concentraciones), se desarrolló una metodología de lavado para evaluar la transferencia y se validaron algunas de las fórmulas. En esta segunda anualidad, se ha estudiado la transferencia de las propiedades del detergente/suavizante al usuario, a través del contacto con la ropa y tejidos lavados.







# 3. OBJETIVOS DEL PROYECTO





El objetivo general es desarrollar diferentes formulaciones detergentes y suavizantes que aporten propiedades funcionales a la piel y la salud del usuario, a partir de la investigación de aditivos y compuestos funcionales líquidos y sólidos de interés. Es la continuación del proyecto FUNDETEX, en el que se estudiaron diferentes aditivos funcionales (antimosquitos, hidratantes, anticelulíticos, etc.), se determinó la compatibilidad, estabilidad y capacidad de mezcla (a diferentes concentraciones), se desarrolló una metodología de lavado para evaluar la transferencia y se validaron algunas de las fórmulas. En esta segunda anualidad, se estudiará la transferencia de las propiedades del detergente/suavizante al usuario, a través del contacto con la ropa y tejidos lavados.

Los objetivos científico-técnicos se indican a continuación:

- Se han investigado nuevos compuestos y aditivos funcionales líquidos y sólidos, de interés para diferentes aspectos relacionados con el cuidado de la piel y la salud.
- Se ha determinado la compatibilidad, estabilidad y capacidad de mezcla de esos compuestos con bases detergentes y suavizantes.
- Se estableció la necesidad de proteger los compuestos funcionales, para asegurar su funcionalidad y estabilidad frente al paso del tiempo y el contacto con otros productos químicos.
- Se han desarrollado las formulaciones y los procedimientos de mezclado más adecuados, estableciendo el % óptimo de aditivo que permita aportar un adecuado nivel funcional, y a la vez genere una fórmula técnica y económicamente viable.
- Se ha estudiado la transferencia de propiedades del detergente al usuario, a través del contacto con ropa y tejidos lavados, determinando dosis necesaria de detergente funcional por lavado, tiempo recomendado de lavado, influencia del tipo de tejido o prenda, no influencia en la capacidad de limpieza del detergente o del suavizante, etc.
- Se han desarrollado e implementado métodos de evaluación de propiedades funcionales adecuados, mediante una combinación de técnicas analíticas y panel de usuarios, que aporte información de interés cara a la transferencia de resultados a empresas, y cara a que dicha información sea transmitida a consumidores finales de manera entendible.
- Se ha desarrollado un plan de comunicación y marketing específico.





# 4. PLAN DE TRABAJO





#### CRONOGRAMA DEL PROYECTO

DACHIETES DE TRADAJO						ME	SES					
PAQUETES DE TRABAJO	1	2	3	4	5	6	7	8	9 10	11	12	
FASE 0. Gestión y seguimiento												
T0.1. Gestión y seguimiento												
FASE 1. Planificación técnica												
T1.1. Planificación técnica												
FASE 2. Ejecución técnica												
T2.1. Desarrollo de formulaciones y formatos de												
presentación.												
T2.2. Estudio de la transferencia de propiedades del												
detergente al usuario.												
T2.3. Desarrollar e implementar métodos de evaluación de												
las propiedades funcionales												
T2.4. Coordinación técnica y validación												
FASE 3. Transferencia de conocimientos y difusión												
T3.1. Transferencia de conocimientos y difusión												

### TRABAJOS REALIZADOS POR PAQUETE DE TRABAJO

# **FASE 1. PLANIFICACIÓN TÉCNICA**

#### T1.1 Planificación técnica

Los objetivos de este paquete de trabajo han sido:

- Comprobar si hay actualizaciones sobre detergencia respecto al año anterior.
- Estudiar los artículos y las patentes concedidas sobre los productos que se pretenden desarrollar.
- Conocer si existen nuevos productos en comparación al estudio realizado el año anterior.





#### **Artículos técnicos**

El estudio del arte incluye artículos técnicos con la información relevante como título, autores, año de publicación y resumen del contenido (abstract).

Los criterios para buscar, comprobar y seleccionar los artículos han sido los siguientes:

- Tiempo: entre el 2010 y el 2020.
- Ordenar por: mayor relevancia.
- Geografía: artículos técnicos publicados en cualquier revista, búsqueda global.
- Keywords: microencapsulation, detergents, Microcapsules, complex coacervation, functional textile.

El estudio se acompaña con gráficos para ilustrar de forma visual la evolución de los artículos científicos publicados en los últimos años.

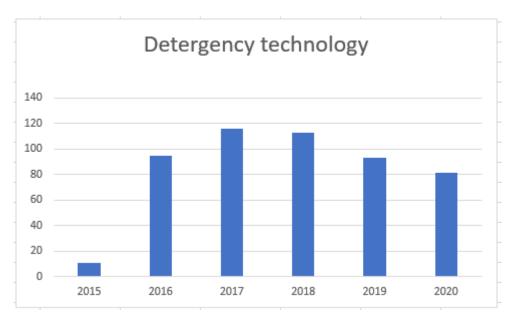


Ilustración 1. Número de publicaciones de artículos relacionados con la tecnología de detergencia

Si nos fijamos en la evolución, lo primero que debemos descartar es que, debido a que aún estamos en el 2020, los datos de este año no son fidedignos, ya que seguramente se publiquen más artículos a lo largo del mismo.

Podemos observar que la tendencia de este año es alcanzar un número de publicaciones similares a años anteriores.

Tras el estudio de su evolución, podemos deducir que se encuentra en equilibrio (sin cambios bruscos de un año a otro).





#### **Patentes**

El estudio de patentes incluye una tabla con las patentes y la información más importante de cada una de ellas, acompañada de una imagen de la primera página de cada patente de interés hallada, en la que se pueda observar el título, el tipo de patente, el año de publicación y el resumen del contenido técnico (abstract). Los resultados se han ordenado según el interés de los trabajos a desarrollar en el proyecto.

Los criterios para buscar, comprobar y seleccionar las patentes han sido los siguientes:

- Tiempo: entre el 2000 y el 2020.
- Orden por: mayor relevancia.
- Geografía: nacionales, europeas y también norteamericanas y mundiales (WCT/WO).
- Keywords: microencapsulated laundry, additives detergency actually, surfactants, compositionl detergents.

#### Ámbito general (todas las patentes desde el año 2010).

#### > Evolución del número de patentes:

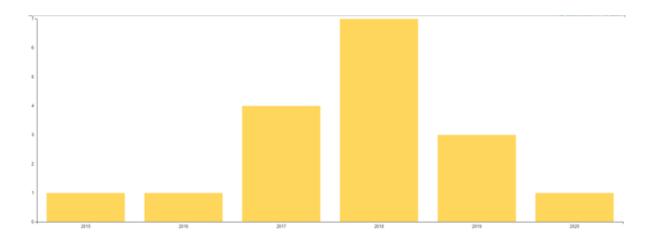


Ilustración 2. Acerca de las patentes con aditivos funcionales en detergencia

Acerca de las patentes podemos decir generalmente lo mismo que con los artículos, los datos del 2020 no están actualizados; por lo que es un valor que no tendremos en cuenta a la hora de determinar la tendencia. Podemos ver que el tema de detergencia en general es un tema que sigue creando patentes. En el campo del uso de aditivos funcionales podemos ver cómo ha habido un decrecimiento desde el 2018.





#### Número de patentes por país.

Lo primero que podemos ver en el siguiente mapa mundial es que hay tres grandes competidores en el campo de detergencia con aplicación de aditivos: Estados Unidos de América, Sur de korea y China.

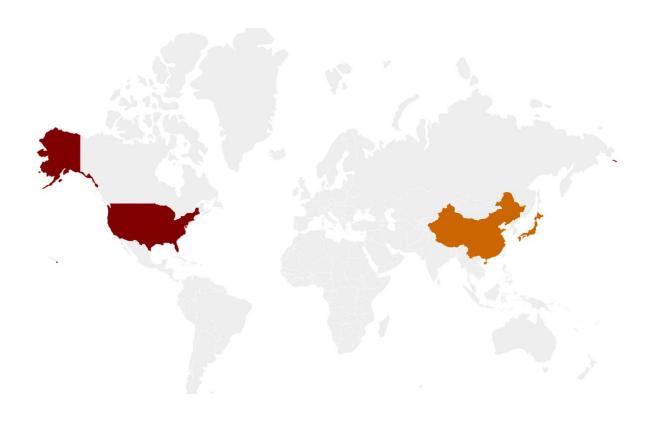


Ilustración 3. Estado mundial del número de patentes sobre detergencia con aditivos

#### > Inventores.

A continuación, presentamos los inventores más prolíficos en el campo de detergencia:



Ilustración 4. Nube de términos con los nombres de los inventores más relevantes





#### **Productos relacionados**

Por último, también se ha realizado una búsqueda de productos relacionados que se encuentran actualmente en el mercado. La búsqueda se refiere a productos con aditivos funcionales. Sigue la tendencia encontrada en la anualidad anterior.

Los criterios para buscar, comprobar y seleccionar los productos han sido los siguientes:

- Herramientas de búsqueda web:
- Tiempo: máximo 3 años de antigüedad (se consideran válidas los productos publicados entre el 2018 y el 2020).
- Ordenar por: mayor relevancia.
- Keywords: silver, urea, fundional laundry, capsules.

Denominación	4in1 Detergent in Capsules NEONOB
Empresa	MPL
Explicación producto	Neonob Protect+ Detergente Cápsulas 4en1 (4in1 Detergent in Capsules) is now available. The product has been formulated with NOB166 patented technology with silver as a protective active ingredient, which provides the following benefits: protects and keeps clothes free from micro-organisms and bad odours for up to seven days; prevents the formation of odours on clothes and in the washing machine; maximises the cleaning and protection of clothes; and is efficient even in cold water. It is suitable for use on all kinds of white and coloured clothes, features a long-lasting micro-encapsulated fragrance and Bitrex, and retails in a resealable 500g pack containing 20 x 25g capsules, enough for 20 loads. The pack also features usage/dosing instructions. Also available in this range is a Detergente Líquido 4en1 (4in1 Liquid Detergent). This liquid detergent has been formulated with NOB166 patented technology with silver as a protective active ingredient, which provides the following benefits: protects and keeps clothes free from micro-organisms and bad odours for up to seven days; prevents the formation of odours on clothes and in the washing machine
INCI name	Not indicated on pack
Aplicación	Productos Para Lavar Ropa
Imagen producto	NEONOB MASTER DE LA CAPACITA DEL CAPACITA DEL CAPACITA DE LA CAPACITA DEL CAPACIT

Ilustración 5. Cápsulas de detergente con principio activo de plata





### **FASE 2. EJECUCIÓN TÉCNICA**

#### T2.1. Desarrollo de formulaciones y formato de presentación

#### Microencapsulación de principios activos por COACERVACIÓN.

En la presente tarea ha realizado un proceso de microencapsulación de compuestos y aditivos funcionales, mediante el método de Coacervación para posteriormente añadirlos a detergentes/suavizantes y así contener la funcionalidad.

Se pretende con ello desarrollar detergentes/suavizantes que contengan microcápsulas que aporten propiedades funcionales a la piel y la salud del usuario.

La microencapsulación por coacervación consiste en el recubrimiento de micropartículas con una película polimérica, la cual es obtenida por la precipitación del material polimérico disuelto en el medio dispersante.

#### Proceso de encapsulación por coacervación compleja

La coacervación compleja consta de tres pasos: formación de la emulsión, formación del coacervado, formación de la pared o endurecimiento.

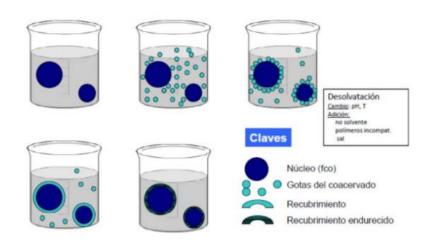


Ilustración 6. Etapas de Coacervación compleja utilizando gelatina y goma arábiga



#### Formación de la emulsión:

En este paso, el aceite comestible o material a encapsular es adicionado a una solución rica en biopolímeros, a una temperatura por arriba del punto de gelación y un pH mayor al punto isoeléctrico de la proteína usada como agente encapsulante, manteniéndose en constante agitación para obtener el tamaño de gota deseado (Por ejemplo, en el caso de un coacervado formado por gelatina-goma arábiga, inicialmente el material a encapsular (aceite comestible) es mezclado con una solución de gelatina hasta alcanzar la homogeneización, manteniendo la temperatura por arriba del punto de gelación (50°C). A la mezcla anterior, se le adiciona la goma arábiga y se mezcla hasta alcanzar la homogeneización.

#### Formación del coacervado:

El pH es ajustado por debajo del punto isoeléctrico de la proteína para iniciar las interacciones electrostáticas entre los polímeros de cargas opuestas en donde la proteína posee una carga positiva y el polisacárido una carga negativa. Como resultado las gotas de la fase dispersa se aglomeran y propician la separación de fases. Por ejemplo, en un coacervado formado por gelatina-goma arábiga, el pH es ajustado alrededor de 4.0 para propiciar las cargas opuestas entre la proteína y el polisacárido.

#### • Formación de la pared / endurecimiento:

La temperatura del sistema es disminuida lentamente por debajo del punto de gelación de la proteína, generalmente alcanzando temperaturas de refrigeración, dando lugar a la formación de la pared, debido a la acumulación de la fase rica en polímeros alrededor del material de interés. Posteriormente, el endurecimiento puede lograrse mediante el entrecruzamiento que se discutirá más adelante.<sup>1</sup>

Hay una serie de variables para tener en cuenta durante el proceso de coacervación:

- Relación solvente/no-solvente: determina el cambio de la solubilidad del polímero durante el proceso, incide en las tensiones interfaciales y en las características del coacervado.
- Porcentaje del polímero: relacionado con la posibilidad de separación de fases y la formación de una película capaz de depositarse sobre el núcleo
- **Periodo de adición del no-solvente:** Relacionado con la velocidad de desolvatación del polímero, lo cual afecta las propiedades de la nueva fase formada.
- Velocidad de agitación: permite que el núcleo permanezca suspendido y además uniformizar adecuadamente el sistema.
- **Tipo de agitación**: en su elección es necesario considerar los volúmenes de los solventes y la concentración del polímero que establecen la viscosidad del medio.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> R.Hernández-Nava "Coacervación compleja: una alternativa como métodode microencapsulación" (2016)





- Tamaño del núcleo: en la mayoría de las técnicas de microencapsulación son usados núcleos mayores de 100 μm.
- Relación núcleo-polímero: la concentración de polímero necesaria para microencapsulación es específica para cada núcleo en particular.
- Temperatura: dependerá, si se trata de una proteína lábil, se trabajará a temperatura ambiente.
- Tiempo de agitación después de la adición: permite la adecuada homogenización del sistema

#### PRUEBA EXPERIMENTAL: Coacervación con Proteína de soja aislada-Quitosano (con ácido tánico)

Ingredientes	Concentración
Proteína de soja aislada (SPI) 1%	8g
Aceite de CLAVO	4g
Quitosano medium molecular weight (CS) 1%	1g
Ácido acético glacial	1%
Ácido tánico	170
Acido fanico	10%
Protocolo	Se disuelve la proteína de soja en 800 ml agua destilada.
	Por otro lado, se disuelve el quitosano en 100 ml de ácido acético.
	Se añade el aceite de clavo a la proteína de soja con agitación en ultra-turrax a 6000 rpm durante 5 min.
	Se añade el quitosano y se agita con agitación en ultra-turrax a 6000 rpm durante 10 min.
	Se ajusta el pH a 6 con NaOH para iniciar la coacervación y se deja agitando.
Resultados	Se produce la coacervación en la parte superior de la mezcla. No es lo esperado, ya que la coacervación debe precipitar.



Aspecto tras el ajuste de pH	
	COACE VA CION CLAVO
Aspecto tras refrigerar a 4°C	
(3 horas)	HOLSE MUSTERS CORCERVACION CLAVO
Agente cross-linking	
	-Para el endurecimiento de la membrana de la microcápsula se prepara ácido tánico al 10% (este se ha disuelto a 40ºC con agitación durante 10 min).
	-Se añaden 25 ml de ácido tánico al 10% sobre 175 ml del coacervado con aceite de clavo.
Aspecto al inicio de la agitación con ácido tánico	Receiveds de dara + Alab 135 a Galili





Aspecto tras 30 minutos en agitación

-Se observan 2 capas de precipitado:



Las microcápsulas tienen un tono rojizo del ácido tánico y a su vez el tamaño de las mismas se ha reducido considerablemente.

Tratamiento con Ultrasonidos

Para desapelmazar las microcápsulas, tratamos con ultrasonidos durante 10 min ambas (sin endurecer y endurecidas).



Para eliminar la parte líquida, filtramos con un clásico kitosato y bomba de vacío. Utilizamos un filtro de nitrato de celulosa de 0,45 micras de diámetro.



Aspecto de las microcápsulas tras la filtrción	
Mezcla  con detergente/suavizante	Se han pesado 2 g. de microcápsulas de clavo, a continuación se enrasa hasta 200 g con detergente base. En otro vaso de precipitados realizamos lo mismo con el suavizante base.
Homogenización	Aplicamos a cada uno 20 min de ultrasonidos, como sigue sin deshacerse los conglomerados de microcápsulas los sometemos a temperatura (30ºC) y agitación (500 r.p.m)
	Tras aplicarles 30°C de temperatura , se les vuelve a aplicar ultrasonidos durante 10 min.





Separación de microcápsulas y observación al microscopio	Tras un día de contacto se observa sedimento de microcápsulas en ambas matrices.
	Para poder observar el estado de las microcáosulas se decanta el sobrenadante y el poso de microcápsulas se seca a 50 ºC durante 1 hora, con el propósito de realizar una observación con el microscopio SEM.

Al observar el poso creado en la filtración con el SEM, no se observan microcápsulas, deben haberse roto al mezclarlas con las matrices.

No podemos considerar este tipo de Coacervación adecuada para mezclar con detergentes/suavizantes.

Se deben buscar alternativas, si queremos microencapsular principios activos.





#### Extrusión de film

#### Propiedades films Duo-caps comerciales.

En primer lugar se estudiaron las propiedades de los films del formato duo-caps comerciales con el siguiente objetivo:

- Determinar la composición, espesor y hidrosolubilidad de las duo-caps más consumidas que se encuentran en el mercado.
- Desarrollar un prototipo de film que simule los utilizados comercialmente.

Es una de las técnicas analíticas más versátiles y de mayor aplicación que permite una identificación rápida de los grupos funcionales de la estructura molecular de sustancias en el estado gaseoso, líquido o sólido es la **Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).** 

Con ella hemos sido capaces de determinar la composición de las duo- caps. En todos los casos analizados por espectroscopía IR-FT, se detecta la presencia de bandas que podrían atribuirse a ALCOHOL DE POLIVINILO (**PVA**).

#### **IRFT**

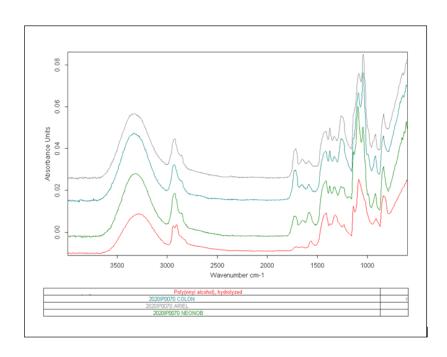


Ilustración 7. Espectro por IR del patrón y varias muestras analizadas.



Se ha medido el **espesor** de los films que forman las duo-caps, mediante un micrómetro por la norma: ISO 23529:2016. Método A, obteniéndose espesores muy similares:

MUESTRA	ESPESOR (mm)
ARIEL	0,05
NEONOV	0,05
PUNTOMATIC	0,08
COLÓN	0,10
LUZIL	0,05

Tabla 1.Espesores de distintos films (duo-caps) comerciales

Simulando un lavado doméstico a nivel de laboratorio, se ha comprobado la hidrosolubilidad de las duo-caps sometidas a estudio.

Muestra (duo-caps)	Composición	Espesor(mm)	Tiempo solubilidad a 23ºC	Residuo	Tiempo solubilidad a 30ºC	Residuo
ARIEL	PVA	0,05	1′ 2′′	NO	12"	NO
NEONOV	PVA	0,05	1′ 32″	NO	45"	NO
PUNTOMATIC	PVA	0,08	39"	NO	14"	NO
COLÓN	PVA	0,10	1′ 15″	NO	22"	NO
LUZIL	PVA	0,05	1′ 54′′	NO	48"	NO

Tabla 2. Pruebas de solubilidad realizada a los distintos fimls comerciales

La hidrosolubilidad en todas las muestras es rápida. A temperatura ambiente, ninguna supera 2 min de tiempo antes de deshacerse.

El espesor no ha sido determinante en el tiempo de solubilidad.





#### Se pretende internamente obtener un film de PVA similar a los empleados actualmente en la industria:

El material empleado para las pruebas de film es el PVA C500 T de MOWIFLEX con las siguientes propiedades reológicas:

Grade	Solubility	MFI g/10 min.	Tg °C (a)	Tm °C (a)	Hygroscopicity %	Density g/cm <sup>3</sup>
C 500T	25ºC/<3min	6-10(c)	41	164	5	1.3

Tabla 3. Propiedades reológicas del material C500T

- a) La temperatura de transición vítrea (Tg) y el punto de fusión (Tm) se obtiene en la segunda rampa a 10°C/minuto en el DSC.
- b) 190°C, 21.6 kg
- c) 190°C, 2.16 kg.

Esta información nos indica que el polímero es soluble en agua a 25°C en un tiempo menor a 3 minutos, que tiene un índice de fluidez entre 6 y 10 g/10 minutos a 190°C y 2,16 kg, que son unos valores buenos para su procesabilidad en la planta de monofilamento. También nos indica que su punto de fusión se encuentra a 164°C, por lo que debemos trabajar por encima de este valor, normalmente se trabaja entre 20 y 30°C por encima.

Antes de procesar el material es **secado** durante **cuatro horas a 60°C**, para eliminar la humedad del polímero y evitar defectos durante su procesado.

A continuación, se describen los materiales y condiciones de máquina empleados para la obtención del film. Para estas pruebas iniciales donde no se busca unas grandes propiedades mecánicas solo se ha trabajado con la primera estación de godets, sin aplicar estiraje.



Ilustración 8 Esquema planta monofilamento.

El cabezal de cintra plana que se optó para las pruebas es el de 24 mm de ancho por 0'2 mm de espesor inicial, para luego aplicando diferentes velocidades de salida y bomba ajustar el espesor.



Ilustración 9. Configuarción cabezal

El resto de las condiciones de máquina que se emplearon se resumen en la siguiente tabla:

Cabezal				Ŋ	lonocom	ponente salid	la labio d	e 24 x 0,2mm				
Filtración		Sin filtro										
Prueba	V <sub>P</sub> rpm	VE rpm	P <sub>D</sub> bar	Te °C	To ∘C	Quench	GAP mm	G1/G2/G3/G4 m/min	Esp. mm	Te g/den	AI. %	
Prueba 1	10	21	64	185/190/190	190	Aire	900	12				
Prueba 2	10	21	64	185/190/190	190	Aire	900	14				
Prueba 3	10	21	64	185/190/190	190	Aire	900	18				
Prueba 4	10	21	64	185/190/190	190	Aire	900	22				
Prueba 5	10	21	64	185/190/190	190	Aire	900	26				
Prueba 6	10	21	64	185/190/190	190	Aire	900	30				
Prueba 7	10	21	64	185/190/190	190	Aire	900	34				
Prueba 8	10	21	64	185/190/190	190	Aire	900	40				
Prueba 9	10	21	64	185/190/190	190	Aire	900	44				
Prueba 10	10	21	64	185/190/190	190	Aire	900	48				

Tabla 4. Parámetros de la máquina





V<sub>P</sub> -> Velocidad de la bomba.

V<sub>E</sub> -> Velocidad de la extrusora.

P<sub>D</sub> -> Presión en el cabezal.

T<sub>E</sub> -> Perfil de temperatura de la extrusora.

T<sub>D</sub> -> Temperatura del cabezal.

Quench -> Tipo de enfriamiento empleado.

GAP -> Distancia del spinneret al punto de contacto.

Godet -> Velocidad de las distintas estaciones de estiraje

Como conclusiones, salvo pequeñas modificaciones que se tuvieron que hacer, la procesabilidad del polímero es buena y se permite trabajar.

- El polímero al no poder entrar en contacto con el agua para enfriar la cinta plana se tiene que emplear el enfriamiento por aire.
- El perfil de temperatura inicial fue desde los 170 a 185°C, pero el polímero no tenía suficiente fluidez, por lo que se fue aumentando el perfil hasta el que se expone en la tabla de pruebas.

Para futuros trabajos podemos realizar diferentes estirajes sobre la cinta plana para ver cómo influye la orientación de esta en la solubilidad del material.

Por otra parte, y con el objetivo de obtener distintos espesores y en un ancho mayor, se contó con la colaboración de la EPSA (Escuela Politécnica superior de Alcoy) para el desarrollo del proceso de extrusión del polímero estudiado PVA C500 T de MOWIFLEX.

Para la obtención de film se utilizó la extrusora MINICAST 25, (EUREXMA, Tradate, Italia). Se trata de una máquina para la extrusión de película monocapa fundida para uso en laboratorio, extrusora de un solo husillo, de la serie XTR de 25 mm. de diámetro de tornillo, cabezal con labios ajustables, 200 mm. de ancho, Chill roll y bobinadora con motor de par.





Ilustración 10. Extrusora Minicast 25 de Eurexma

Posee un chill roll de 3 cilindros, con inversión de rotación, que, con el ajuste tanto en posición como en altura es capaz de ser utilizada como chill roll o como una calandra tradicional, para la extrusión de lámina hasta 2 mm.





Ilustración 11. Condiciones de procesado de la extrusora de cast film para PVA

Adecuado para la extrusión de película y fundido en polietileno, PE, ABS, PET, PLA, TPU, PVA con la posibilidad de montar tornillos con diferentes perfiles, con el sistema de extracción de tornillos de la parte posterior de la extrusora, reduciendo drásticamente el tiempo de cambio de tornillos y de limpieza. El panel de control táctil estándar de 10", puede alcanzar una capacidad de producción de 20 Kg/h.

Para estas pruebas y con el objetivo de obtener diferentes espesores se ha trabajado con el estiraje y velocidad.





Ilustración 12. Material de partida. PVA C500 T de MOWIFLEX





Ilustración 13. Detalle de la carga del material en la extrusora.





Ilustración 14. Detalle de la salida del material fundido a través del cabezal de la extrusora.



llustración 15. Detalle del enfriado y estirado en el sistema de rodillos fríos.







Ilustración 16. Detalle del estirado y bobinado del material

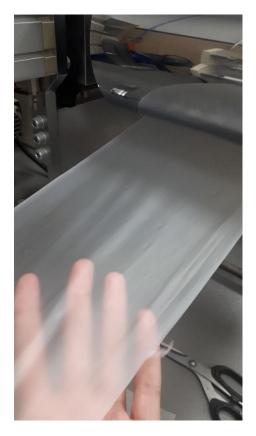


Ilustración 17. Apariencia del film de PVA extruído.











Ilustración 18. Films de PVA con diferentes espesores obtenidos.



Los distintos espesores obtenidos han sido los siguientes:

ESPESORES		
1,45-1,31		
0,27		
0,18-0,15		
0,15-0,06		

Tabla 5. Espesores film PVA

Una vez clasificados los espesores, se ha procedido a las pruebas de hidrosolubilidad. El tamaño de las probetas ha sido de 3 x 3 cm, el volumen de agua 100 ml y las revoluciones del agitador magnético 500 r.p.m

ESPESORES	HIDROSOLUBILIDAD 22ºC (tiempo)	HIDROSOLUBILIDAD 40ºC (tiempo)
1,45-1,31	15 min	9 min
0,27	12 min	7 min
0,18-0,15	3 min	30 seg
0,15-0,06	1 min	1 seg

Tabla 6. Hidrosolubilidad de distintos espesores de PVA

Como se observa, hay mucha diferencia en función de la temperatura que se aplique.

Dado que nuestro objetivo es diseñar una duo-cápsula con 2 principios activos para la liberación en distintos tiempos, se ha optado por utilizar un colorante como indicador de la solubilidad del film.

Hay que tener en cuenta que al ser film al ser hidrosoluble no se le puede meter nada que contenga agua, por ello los colorantes seleccionados ha sido de naturaleza liposoluble.



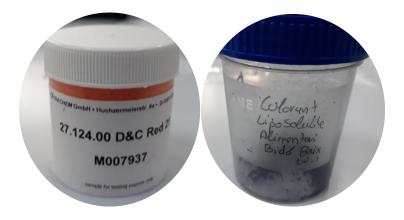


Ilustración 19. Colorantes liposolubles

Para la preparación de los prototipos ha sido necesaria la utilización de una "Envasadora". Dicho equipo ejerce una presión y temperatura la sellar los films, obteniéndose cápsulas. En la cápsula interna se introducirá el colorante liposoluble azul y en la cápsula externa la naranja.



Este equipo contiene cuatro parámetros que se puden modificar en función de las necesidades.

- Vacuum:
- Gas:
- Sealing:
- Cooling:

Todos los prototipos liberan ambos colorantes de forma muy seguida, sin apenas espacio de tiempo. El objetivo sería que la membrana interna soportara más tiempo sin disolverse, de forma que el principio activo entrara en contacto con los tejidos de lavado lo más tarde posible , transmitiéndose mayor cantidad de funcionalidad.





Ilustración 20. Formato prototipos duo-caps





### Proceso de compresión. Termocompresión

En este caso se ha procedido a la compresión de los aditivos seleccionados en polvo con el objetivo de obtener un producto en formato pastilla.

Para la obtención de las pastillas a partir de los polvos de partida, se ha utilizado una embutidora.







Ilustración 21. Aditivos seleccionados (urea, alantoína y probióticos encapsulados)



Ilustración 22. Pastillas de urea



Ilustración 23. Pastillas de urea + probiótico





# Moldeado de los films mediante la termoconformadora. Termoconformado

En esta última fase se procede al moldeado de los films obtenidos en la extrusión de película mediante la termoformadora. El desarrollo de este producto se basará en proteger los compuestos funcionales en formato cápsulas hidrosolubles para asegurar su funcionalidad y estabilidad frente al paso del tiempo.

Para la obtención de formas a partir de los films procesados, se ha utilizado la termoformadora FormBox de Mayk. Es una máquina de termoconformado o termoformado de escritorio, esto nos permite realizar procesos complejos que realiza la industria a pequeña escala de manera muy sencilla. Con FormBox se pueden crear moldes, productos finales o producir los moldes a partir de impresiones en 3D: basta con colocar el objeto impreso en 3D en la bandeja de la máquina y en cuestión de segundos se obtiene el molde correspondiente.



Ilustración 24. Termoformadora FormBox Mayku.

#### Proceso llevado a cabo:













Ilustración 25. Primeras pruebas realizadas con el molde de pastilla monodosis



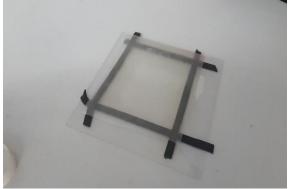


Ilustración 26. Adaptación de los films obtenidos por extrusión al tamaño mínimo requerido por el equipo.



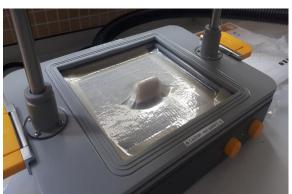










Ilustración 27. Primeros resultados de termoconformado de film de PVA

AITEX desarrolla un molde 3D para poder obtener formato duo caps:



Ilustración 28. Molde 3D





Ilustración 29. Primeras pruebas realizadas con el molde de pastilla duo-cap

Los resultados no son satisfactorios, se decide hacer un molde 3D en negativo (al contrario)









Ilustración 30. Detalle de la preparación del molde termoconformado inverso.



Ilustración 31. Prototipo obtenido de la duo-cap

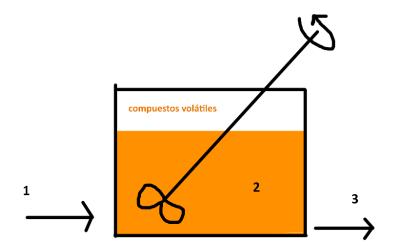




# Desarrollo de formulaciones base

En esta tarea se ha contado con el asesoramiento de LINASA

#### **EXPERIMENTO LLEVADO A CABO:**



1: entrada materia prima; 2: proceso; 3: salida de producto

La temperatura de proceso corresponderá a la Tm del producto más crítico +5ºC.

### **Desarrollo fórmula Suavizante Concentrada**

#### **RECETA SUAVIZANTE:**

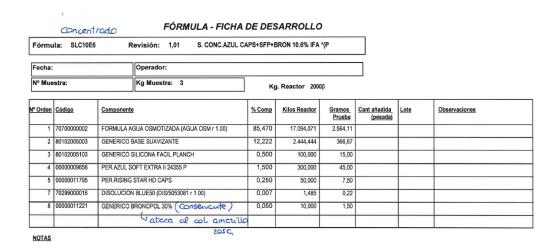


Ilustración 32. Receta formula suavizante





Ilustración 33. Ingredientes para el desarrollo de un formula suavizante

# PREPARACIÓN:

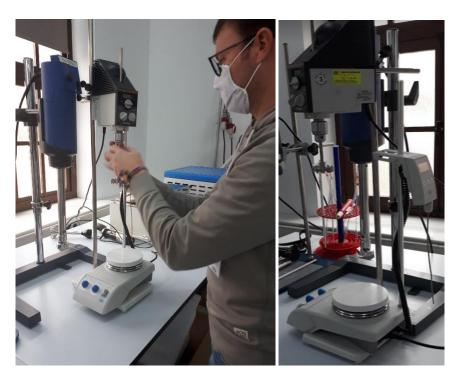


Ilustración 34. Preparación agitadora

# **FASE DISPERSIÓN**

1) Añadir agua destilada.





Ilustración 35. Añadir el agua destilada

2) Calentarla hasta T proceso y encender la agitación (20-30Hz // 30-35 rpm). La agitación debe permanecer cte durante todo el proceso de dispersión de la base en el agua destilada, ya que la viscosidad del producto final (dispersión) dependerá de esta. Esto se debe a que la agitación produce el alineamiento de las moleculas/cadenas carbono del suavizante.

clasificación	Viscosidad (ups)			
Baja	1-200			
Media	200-1500			
Alta	1500-10000			
Muy alta	>10000			

Para la agitación lo óptimo es utilizar una hélice/agitador en forma de áncora o helicoidal.

3) Añadir la base principal. Al estar sustentada por alcoholes volátiles e inflamables, cuando se trabaje en reactores, lo óptimo sería añadirlas por la parte del fondo del reactor, para evitar problemas de inflamabilidad.

Al adicionarlo, la mezcla se vuelve de un color lechoso, debido a que las micelas de la base afectan a la dispersión de la luz.



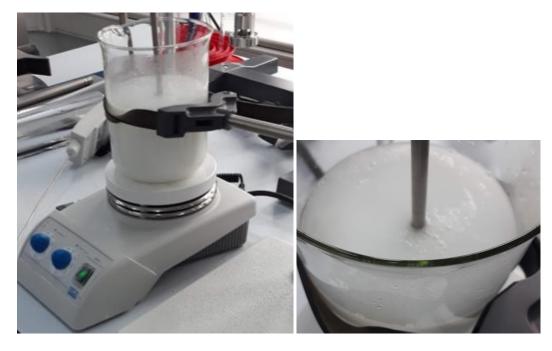


Ilustración 36. Proceso de mezclado. Dispersión de la base (fluido lechoso)

- 4) Añadir silicona. Tanto la silicona como la base principal forman el total de la materia activa del suavizante.
- 5) Continuar agitando a velocidad/sentido contante durante 20 minutos (tiempo óptimo de dispersión).
- 6) Tras este tiempo, apagar la estufa/placa calefactora y esperar a que la T disminuya a 25ºC aprox. Aunque la estufa se apague, la temperatura seguirá aumentando debido a la cizalla de la pala agitadora con la solución de alta viscosidad. Para empezar la rampa de enfriamiento, activar un método de refrigeramiento (baño de agua, reflujo...)

#### **FASE DE ADITIVACIÓN**

La temperatura idónea para esta fase dependerá de los compuestos que se van a añadir (perfumes, conservantes, extractos, principios activos...). Es decir, se deberá tener en cuenta, a que T se evaporan dichos productos y, por tanto, seleccionar una T inferior a esta.

- 7) Añadir los conservantes. Suelen emplearse ácido absorbico o láctico.
- 8) Si se desea modificar la viscosidad → disminuir: añadir sales (salmuera NaCl). Lo normal es que el suavizante tenga una viscosidad baja (1-200 ups)
- 9) Añadir el aroma/los colorantes... estos deben de estar diseñados según la funcionalidad/características del producto. Al ser un suavizante catiónico, estos productos deben tener carga positiva (catiónicos) también.





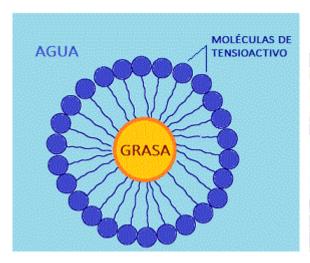
Ilustración 37. Adición del perfume

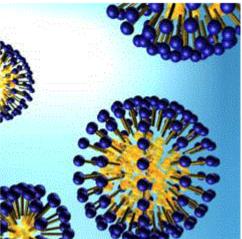
<u>NOTA</u>: Si el PH de la base principal del suavizante es 8, el suavizante tendrá una propiedad de desinfección, ya que dicha molécula competirá con los iones sodio (Na+) y matará al microorganismo. Además, las moléculas del suavizante no deberán de ser excesivamente grandes.





# Desarrollo fórmula Detergente Líquido prendas delicadas





#### **RECETA DETERGENTE**

#### FÓRMULA - FICHA DE DESARROLLO

Fórmula: PFD	Revisión: 7,00	DET LIQ PRENDAS DELICADAS DIA (FT/FDS)
Fecha:	Operador:	
Nº Muestra:	Kg Muestra: 3	Kg. Reactor 4000

<sup>o</sup> Orden	<u>Código</u>	Componente	% Comp	Kilos Reactor	Gramos Prueba	Cant añadida (pesada)	Lote	Observaciones
1	70700000001	FORMULA AGUA DESCALCIFICADA (AGUA DESC r 1.00)	63,052	2.522,088	1.891,57			
2	80102005014	GENERICO SOSA	0,571	22,820	17,12			
3	80102005215	GENERICO ACIDO OLEICO	2,000	80,000	60,00			
4	70294000000	LAURIL LINASA 27%(DETERLES227) (LES27 r 3.00)	24,627	985,075	738,81			
5	80102006008	GENERICO NO IONICO DET.LIQUIDO	3,500	140,000	105,00			
6	00000001423	GENERICO CONSERVANTE MIT/BIT/CMT	0,200	8,000	6,00			
7	80104000243	ROSA BTE. HISPACID B-250%	0,000	0,017	0,01			
8	80102005036	GENERICO SALMUERA	5,750	230,000	172,50			
9	00000005069	PER.DELICATE 73 EAE08901/00	0,300	12,000	9,00			

NOTAS

Ilustración 38. Receta de formula detergente





Ilustración 39. Ingredientes para el desarrollo de un formula detergente

# PREPARACIÓN:

# **FASE DISPERSIÓN**

1) Añadir agua destilada.



Ilustración 40. Agua destilada





2) Añadimos la sosa (pH aprox 12)



Ilustración 41. Adición Sosa

3) Añadimos el ácido oleico. Este es el causante de un aumento de viscosidad, por lo que subiremos las rpm de la agitación.

Es importante controlar la temperatura ya que se producen procesos exotérmicos.



Ilustración 42. Adición ácido Oleico

- 4) Añadimos el Lauril. De esta forma mejorará la solubilidad
- 5) Tensioactivo. Al estar caliente se produce un choque térmico ocasionando hebras (grumos, burbujas, etc.) Aumentamos la agitación para disolverlo mejor





Ilustración 43. Adición Tensioactivo (formación de hebras)

Si en este punto observamos que la formula esta turbia, aumentaríamos la cantidad de tensioactivo para que solubilice.

- 6) Conservante.
- 7) Para eliminar la espuma que se genera, es aconsejable añadir un poco de alcohol en el vórtice de forma que deprimimos la espuma.



Ilustración 44. Espuma generada

8) Añadimos la salmuera para aumentar la viscosidad. Viscosidades óptimas (750-2125 cps).







Ilustración 45. Adicción salmuera (aumentar viscosidad)

# 9) Perfume. Lo añadimos poco a poco sobre el vórtice.







Ilustración 46. Perfume. Producto final



# T2.2. Estudio de la transferencia de propiedades del detergente al usuario

# Lavados Detergente/Suavizante y lavados Care Products.

La siguiente tarea pretende realizar:

- Lavados con detergente/suavizante: con un producto comercial y con un detergente/suavizante base + principio activo de Ag (en diferentes formulaciones).
- Realizar I+D de productos de lavado de prendas que cuide y proteja la piel del usuario (Care products).

Los Detergentes/suavizantes ATQ son formulaciones base a las que se han añadido un porcentaje de Ag.

TEJIDO EMPA (g)	PRODUCTO
100	Tejido original
100	Tejido <u>descrudado</u>
100	Solo con agua
100	Detergente ATQ + Ag 0,5%
100	Detergente ATQ + Ag 2 %
100	Suavizante ATQ + Ag 0,5 %
100	Suavizante ATQ + Ag 2 %
100	Tejido lavado suavizante + 2% Ag
100	Lavado suavizante fosfato de zirconio y Ag 10%
100	Lavado suavizante zeolita de Ag 2,5 %
100	Lavado suavizante zeolita de Ag 10%
100	Lavado suavizante AgCl en TiO₂ al 2%

Tabla 7. Lavados realizados





TEJIDOS FOULARDADOS
Foulardado con 2% de Ag
Foulardado fosfato de zirconio y Ag 10%
Foulardado zeolita de Ag 2,5 %
Foulardado zeolita de Ag 10%
Foulardado AgCl en TiO₂ al 2%

Tabla 8. Lista de tejidos Foulardados

También se han realizado ciclos de lavado sin base de detergente/suavizante, tan solo con el principio activo A continuación, se muestra un ejemplo del **ciclo Care product** con Alantoína y probiótico.

1ª PRUEBA: Alantoína + probió	tico
Ingredientes	Concentración
Alantoína (polvo)	20 g
Probiótico(BPL1) (polvo)	5 g
Tejido EMPA	100 g
Protocolo	Tras realizar un lavado previo a 90ºC para limpiar la lavadora, se introduce el tejido en el tambor y los productos en la cubeta de suavizante.  Iniciamos el ciclo
IMAGEN principio activo	23 Alantoina Alantoin Alantoina  CAH6H4O3 P. Hylmr. 158.1 Lote/Batch: 0083001  Causana S.L.V., Careford duality and





#### Resumen de ciclos de lavado Care products:

PRODUCTO Care Product
Centella asiática
Centella asiática + probiótico
Urea
Urea + probiótico
Alantoína + probiótico
Alantoína

Tabla 9. Ciclos de lavado Care products

## **OZONO.** Procedimientos de higienización y eliminación de olores en la ropa con Ozono.

La tendencia más actual en la higienización es la aplicación del ozono, por ser un desinfectante eficaz, reduce el impacto medioambiental y se devuelve a la atmósfera en forma de oxígeno.

El ozono debe generarse "in situ" porque es un gas muy reactivo y no puede ser almacenado y transportado a cualquier lugar.

#### El ozono contiene múltiples ventajas:

- Reduce el uso de energía.
- Reduce el uso de agua.
- Reduce el uso de químicos.
- El ozono ayuda a suministrar oxígeno al agua de lavado, lo que aumenta la efectividad química y reduce la demanda química.
- El ozono puede reducir la necesidad de productos químicos fuertes y de alto pH utilizados tradicionalmente para eliminar grasas.
- La solución de ozono en agua realiza la función del blanqueador.
- Purifica y desinfecta.
- Mejora la vida y calidad de los textiles: tiempos de ciclo más cortos y temperaturas del agua más frías.
- Mejora la calidad del efluente.
- El ozono se descompone muy rápidamente, ya que se trata de una molécula muy inestable. Su vida media es de entre 20 y 60 minutos y no deja residuos.





#### Aplicación de Ozono al 30 – 60 – 90 %.

Se introducen las muestras de tejido en el equipo de ozono, a cada muestra se le aplicará diferentes porcentuales de ozono, a 30-60-90 %, durante 15 minutos. Para realizar estas pruebas el tejido introducido estaba en seco.



Ilustración 47. equipo de Ozono.

• Panel de mandos con las diferentes recetas del proceso.







Ilustración 48. Receta al 30%

Ilustración 49. Receta al 60%.

Ilustración 50. receta al 90%





# **RESULTADOS OBTENIDOS:**

# **CONTENIDO DE PLATA.** Lavados y foulardados

Para la determinación del contenido de Ag se ha utilizado la técnica por espectrometría de emisión por plasma (ICP).

REFERENCIA MUESTRA	CONTENIDO DE Ag (mg/kg)
Foulardado con 2% de Ag	127
Lavado suavizante fosfato de zirconio y Ag 10%	<5 ppm
Lavado suavizante zeolita de Ag 2,5 %	6 ppm
Lavado suavizante zeolita de Ag 10%	<7 ppm
Lavado suavizante AgCl en TiO2 al 2%	<5 ppm
Foulardado fosfato de zirconio y Ag 10%	28 ppm
Foulardado zeolita de Ag 2,5 %	301 ppm
Foulardado zeolita de Ag 10%	751 ppm
Foulardado agcl en TiO₂ al 2%	27 ppm

Tabla 10. Contenido de metales en los tejidos analizados

Los productos con Zeolitas de Ag son los que aportan mayor cantidad de p.p.m al tejido foulardado.

Cuando los tejidos están sometidos a un ciclo de lavado, durante este proceso se pierde gran cantidad de Ag.



# **ACTIVIDAD ANTIBACTERIANA. Lavados y foulardados**

Se realiza un ensayo de actividad antibacteriana siguiendo la norma: ATCC:100 sobre los tejidos funcionalizados con compuestos metálicos. Previamente es comprueba si el tejido contiene alguna variable que pueda aportar propiedades bactericidas (agua, descrudado del tejido...)

Cada muestra se ensaya por triplicado frente a los microorganismo *Staphylococcus aureus ATCC 6538* y *Klebsiella pneumniae* ATCC 4352. Los datos obtenidos respecto al valor de actividad antimicrobiana, se reflejan en la siguiente tabla en porcentaje:

	Microorganismo			
Referencia muestra	Staphylococcus aureus ATCC6538 (%)	Klebsiella pneumoniae ATCC 4352 (%)		
Tejido Original	57			
Tejido descrudado	74			
Tejido lavado con agua	70			
Tejido foulardado con 2% Ag	99,9	99,9		
Lavado suavizante fosfato de zirconio y Ag 10%	99,99	0		
Lavado suavizante suavizante zeolita de Ag 2,5 %	98,33	99,99		
Lavado zeolita de Ag 10%	99,99	53,07		
Lavado suavizante AgCl en TiO₂ al 2%	99,99	99,99		
Foulardado fosfato de zirconio y Ag 10%	99,99	99,99		
Foulardado zeolita de Ag 2,5 %	99,99	99,99		
Foulardado zeolita de ag 10%	99,99	99,99		
Foulardado AgCl en TiO₂ al 2%	99,99	99,99		

Tabla 11. % de Actividad Antibacteriana de los tejidos funcionalizados

Tras las pruebas de Actividad antibacteria realizadas, la muestra que más actua frente a las bacterias analizadas, es el **Lavado suavizante AgCl en TiO<sub>2</sub> al 2%** con una efectividad del 99,99% de reducción bacteriana.





#### **CITOTOXICIDAD.** Lavados, foulardados y lavados Care products.

Se realiza según la norma UNE-EN ISO 10993-5:2009. Este ensayo evalúa el potencial citotóxico de los productos. Este método 'in vitro' especifica la incubación de células de cultivo en contacto con un producto y/o extractos de un producto durante un período de tiempo, tras el cual se valora cuantitativa y cualitativamente la respuesta biológica de las células.



Ilustración 51. Placas de ensayo con monocapa celular.

Pasadas 48 horas se observa si hay subconfluencia como muestra la imagen:



Ilustración 52. Observación microscópica de la línea celular L-929 (fibroblastos)

El ensayo consiste en poner en contacto directo un tejido sobre una monocapa de la línea celular L-929, durante un período de tiempo de 24 h a 37 ºC en una atmosfera al 5 % de CO2. Transcurrido este período de tiempo se retira el tejido de la superficie del cultivo, y se realiza un recuento de la viabilidad celular, así como una observación y recuento microscópico del estado de las células, para evaluar el grado de citotoxicidad tanto en forma cuantitativa como en forma cualitativa.

Otras normas de referencia serían:

- UNE-EN ISO 10993-1:2010 + UNE-EN ISO 10993-1:2010/AC:2010. Evaluación biológica de productos sanitarios. Parte 1: Evaluación y ensayos mediante un proceso de gestión de riesgo.
- UNE-EN ISO 10993-12:2009. Evaluación biológica de productos sanitarios. Parte 12: Preparación de muestras y materiales de referencia.



#### Resultados:

CITOTOXICIDAD					
MUESTRAS	RESULTADO CUALITATIVO (grado)	RESULTADO CUANTITATIVO (% de Viabilidad)			
Detergente base + 0,5% Ag	2	86			
Detergente base + 2 % Ag	2	83			
Suavizante base + 0,5% Ag	2	83			
Suavizante base + 2 % Ag	2	81			
Alantoína + probiótico	1	99,9			
Urea + probiótico	1	99,9			
Ozono al 90%	1	99,2			
Tejido lavado suavizante + 2% Ag	2	96,3			
Lavado suavizante + fosfato de zirconio y Ag 10%.	2	87,7			
Lavado suavizante + zeolita de Ag 2,5 %.	2	93,6			
Lavado suavizante + zeolita de Ag 10%.	2	88,4			
Lavado suavizante + AgCl en TIO2 al 2%.	2	88,5			
Foulardado fosfato de zirconio y Ag 10%	2	81,1			
Foulardado zeolita de Ag 10 %.	2	69			

Tabla 12. Resultados Citotoxicidad de los tejidos analizados

#### **VALORACIÓN:**

- En la valoración cuantitativa, un valor inferior a 70 % de células viables se considera efecto citotóxico.
- En la valoración cualitativa, se considera efecto citotóxico un grado superior a 2.

### **Conclusiones:**

Los tejidos lavados con Detergente/suavizante con el principio activo de Ag, no muestran Citotoxicidad en ninguna de las concentraciones preparadas.

Por otra parte, los tejidos foulardados con los compuestos selccionados, muestran menor viabilidad celular, incluso uno de ellos, el funcionalizado con zeolita de Ag al 10% muestra Citotoxicidad.

Cabe destacar que el tejido lavado que presento fuertes propiedades antibacterianas, **Lavado suavizante + AgCl en TIO2 al 2%**, a su vez no presenta propiedades Citotóxicas. Es por ello que debemos considerarlo como la mejor opción.



# **DETERMINACIÓN DE LA POBLACIÓN MICROBIANA (BIOBURDEN)**

El ensayo de la Determinación de la población microbiana en productos sanitarios "Bioburden" se basa en las normas UNE-EN ISO 11737-1: 2007 + UNE-EN 11737-1: 2007/AC:2009 o en la Farmacopea Europea.

#### ✓ PRUEBAS DE DESINFECCIÓN CON OZONO

Se deja un tejido a la intemperie durante una noche, para que adquiera la carga microbiana del ambiente. Posteriormente, se trata a 3 concentraciones diferentes del ozono.

Para averiguar el poder desinfectante de este oxidante, se realiza la Determinación de la población microbiana de los tejidos (Bioburden), obteniéndose lo siguiente:

#### Muestra 1: ORIGINAL

Parámetro Parameter	Réplica 1 Replica 1 (ufc/100 cm²)	Réplica 2 Replica 2 (ufc/100 cm²)	Promedio Average (ufc/100 cm²)	Bioburden Total (ufc/100 cm²)
Bacterias aerobias a 33 ± 2°C  Aerobic bacteria at 33 ± 2°C	64	52	58	
Mohos y levaduras a 22 ± 2°C  Moulds and yeasts at 22 ± 2°C	44	33	39	97

Tabla 13. recuento microbiano del Tejido original

#### Muestra 2: TRATAMIENTO OZONO 30%

Parámetro Parameter	Réplica 1 Replica 1 (ufc/100 cm²)	Réplica 2 Replica 2 (ufc/100 cm²)	Promedio Average (ufc/100 cm²)	Bioburden Total (ufc/100 cm²)
Bacterias aerobias a 33 ± 2°C  Aerobic bacteria at 33 ± 2°C	6	7	7	
Mohos y levaduras a 22 ± 2°C  Moulds and yeasts at 22 ± 2°C	9	8	9	16

Tabla 14. Recuento microbiano del tejido tratado con un 30% de Ozono



#### Muestra 3: TRATAMIENTO OZONO 60%

Parámetro Parameter	Réplica 1 Replica 1 (ufc/100 cm²)	Réplica 2 Replica 2 (ufc/100 cm²)	Promedio Average (ufc/100 cm²)	Bioburden Total (ufc/100 cm²)
Bacterias aerobias a 33 ± 2°C  Aerobic bacteria at 33 ± 2°C	9	6	6	
Mohos y levaduras a 22 ± 2°C  Moulds and yeasts at 22 ± 2°C	0	0	0	8

Tabla 15. Recuento microbiano del tejido tratado con un 60% de Ozono

#### Muestra 4: TRATAMIENTO OZONO 90%

Parámetro Parameter	Réplica 1 Replica 1 (ufc/100 cm²)	Réplica 2 Replica 2 (ufc/100 cm²)	Promedio Average (ufc/100 cm²)	Bioburden Total (ufc/100 cm²)
Bacterias aerobias a 33 ± 2°C  Aerobic bacteria at 33 ± 2°C	10	8	9	
Mohos y levaduras a 22 ± 2°C  Moulds and yeasts at 22 ± 2°C	0	0	0	9

Tabla 16. recuento microbiano del tejido tratado con un 90% de Ozono

En segundo lugar, al comprobar que dejando a la intemperie un tejido, no es suficiente la carga microbiológica que puede adquirir, se ha contaminado artificialmente con 2 tipos de microorganismos, una bacteria (*Staphylococcus aureus*) y un hongo (*Aspergillus niger*).

Los resultados tras el tratamiento con ozono, ha sido el siguiente:

REFERENCIA	RECUENTO (ufc/ml) Staphylococcus aureus (37ºC)	RECUENTO (ufc/ml) Aspergillus niger (22ºC)
Tejido control (sin tratamiento)	120.000	110.000
30% O <sub>3</sub>	<20	40
60% O <sub>4</sub>	<20	<20
90% O₅	<20	<20

Tabla 17. Recuento microbiano tras los tratamientos con Ozono

# - Conclusiones:

Con un tratamiento de ozono del **30**% sobre los tejidos contaminados, se destruyen un 99,9% de las bacterias y los hongos inoculados. Este % será suficiente para higienizar los tejidos.





# ✓ PRUEBAS DE CARGA MICROBIANA EN TEJIDOS LAVADOS Y FOULARDADOS CON PLATA

Muestras y acabados	Bacterias aerobias 33 ± 2 °C (ufc/100 cm²)	Mohos y levaduras 22 ± 2 °C (ufc/100 cm²)
TEJIDO ORIGINAL	58	39
01_LAVADO FOSFATO DE ZIRCONIO Y Ag 10%	17	15
02_LAVADO ZEOLITA DE Ag 2,5 %.	40	<1
03_LAVADO ZEOLITA DE Ag 10%.	15	<1
04_LAVADO AgCl EN TiO2 AL 2	15	<1
05_FOULARDADO FOSFATO DE ZIRCONIO Y Ag 10%	27	2
06_FOULARDADO ZEOLITA DE Ag 2,5 %	109	<1
07_FOULARDADO ZEOLITA DE Ag 10 %	90	<1
08_FOULARDADO AgCI EN TiO2 AL 2%	21	2

Tabla 18. Resultados de carga microbiana en tejidos tratados con acabados de plata

En todos los casos los resultados están por debajo del nivel máximo del requisito (300 ufc/100 cm²) y sobretodo queda refrendado que todos los aditivos de Ag incorporados aseguran una baja población microbiana.





# T2.3 Desarrollar e implementar métodos de evaluación de las propiedades funcionales.

# **PANEL DE USUARIOS**

Al igual que la anualidad anterior, se han seguido desarrollando métodos de evaluación de propiedades funcionales tales como un panel de usuarios que nos aporte información de interés cara a la transferencia de resultados a empresas, y cara a que dicha información sea transmitida a consumidores finales de manera entendible.

Esta determinación de la hidratación transmitida a la piel, ha sido mediante el equipo llamado "Corneometer":

El protocolo utilizado ha sido el siguiente:

#### Protocolo:

- <u>Población:</u> 10 participantes
- Zona de estudio: Antebrazo volar
- Mediciones: Se toman 3 medidas en cada uno de los tiempos y se extrae el promedio.
- <u>Tiempo:</u> sin muestra de tejido, + 2horas llevando tejido, + 4horas llevando tejido.
- Aclimatación de la sala: El participante antes de las mediciones está 10 minutos de aclimatación a la sala, temperatura y humedad, y tras estos 10minutos se toman las mediciones.
- <u>Variables</u>: Hidratación en la zona del antebrazo volar en 3 momentos de tiempo.



Ilustración 53. Sonda del Corneometer en contacto con el panelista

 Los resultados muestran un aumento estadísticamente significativo de los índices cormneométricos sobre la zona tratada con urea + probiótico, obteniendo unos tejidos que producen un efecto hidratante en las capas superiores de la epidermis, aumentando hasta un 7 % tras 4 horas de contacto.



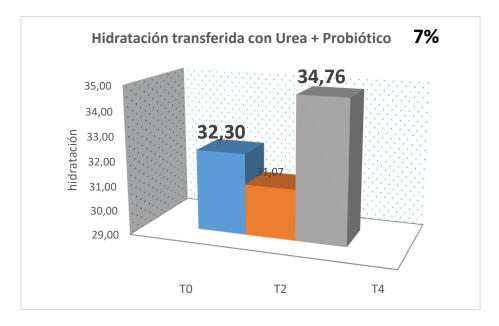


Ilustración 54. % de hidratación transferida con urea + probiótico

# **VIABILIDAD DEL PROBIÓTICO**

La viabilidad de las células se realiza mediante el recuento de unidades formadoras de colonia. Se realiza en profundidad. El recuento de bacterias lácticas y/o bifidobacterias en profundidad consiste en la determinación de las colonias presentes en un volumen o un peso conocidos. El método se basa en la capacidad de estos microorganismos de crecer en las condiciones determinadas formando colonias.

Los resultados obtenidos en los tejidos a analizados con probiótico han sido los siguientes:

REFERENCIA	Determinación de Bifidobacterias (u.f.c)
Alantoína + probiótico	<50
Centella asiática + probiótico	<50
Urea + probiótico	200

Tabla 19. Resultados de la población de Bifidobacterias en las muestras de tejido.

#### Conclusiones:

Solo se ha detectado microbiota de probiótico en el tejido lavado junto con la urea. Se desestima mezclarlo con Alantoína y Centella asiática por sus propiedades antibacterianas.





Ilustración 55. Aspecto visual de las colonias de Bifidobacterias en MRS

# IRRITACIÓN DÉRMICA

Los resultados obtenidos en laboratorio externo "HISTOCELL" para caracterizar el ensayo de irritación dérmica "in vitro" mediante el test "Skinethic skin irritation test" ha sido el siguiente:

			Muestra 1			
			42 min. de l	Exposición		
Cód. Solicitante	Medidas DO		X DOx ± DS	XDO± DS	%Viabilidad	Resultado
Carrier - 1989;		5,049				
Muestra 1:		5,960		5,48±0,6	106%	NI
Tejido lavado con	DO1	4,530	5,34±0,71			
detergente ATQ + 2%		5,960				
de Ag		4,493	F 22 : 0 72			
		5,059				
	DO2	5,960	5,33±0,72			
		5,960				
		5,960				
	DO3	5,960				
	the land above	5,238	5,77±0,36			
		5,960				

Ilustración 56. Irritación dérmica obtenida en la muestra: Tejido lavado con detergentes ATQ + 2% DE Ag



			Muestra 2			
			42 min. de l	Exposición		
Cód. Solicitante	Medidas DO		X DOx ± DS	XDO ± DS	%Viabilidad	Resultado
		5,960				
		5,227		5,37±0,62	104%	NI
Muestra 2:	DO1	4,300	5,32±0,79			
Tejido lavado con		5,960				
suavizante ATQ + 2%		4,835				
de Ag	DO2	5,235	5,18±0,55			
		4,759				
		5,960				
		5,960				
	man market fire	4,761	5,63±0,60			
		5,960				
		5,960				

Ilustración 57. Irritación dérmica obtenida en la muestra: Tejido lavado con suavizante ATQ + 2% de Ag

			Muestra 3			
		Medidas DO		Exposición		
Cód. Solicitante	Medi			XDO± DS	%Viabilidad	Resultado
		5,960				
Muestra 3:		5,960		5,31±0,59	103%	NI
Tejido lavado con	DO1	4,576	5,22±0,80			
Centella asiática		4,578				
		4,689	5,18±0,55			
	DO2	4,933				
		5,236				
	7/0-12-10	5,960				
		5,960				
	DO3	5,960	5,63±0,60			
		5,062				
		5,239	a sero-resuella de regioni			

Ilustración 58.Irritación dérmica obtenida en la muestra: Tejido lavado con Centella asiática

			Muestra 4			
			42 min. de	Exposición		
Cód. Solicitante	Medidas DO		X DOx ± DS	XDO ± DS	%Viabilidad	Resultado
		4,485	5			
		4,925		5,12±0,54	99%	NI
Muestra 4: Tejido	DO1	4,627	4,97±0,67			
lavado con Urea +		5,960				
Probiótico		4,835				
	DO2	5,234	5,14±0,58			
		5,960				
		4,635				
		5,061	-			
	DO3	5,062				
		5,960	5,24±0,47			
		4,938				

Ilustración 59.Irritación dérmica obtenida en la muestra: tejido lavado con Urea + probiótico



	- tompe		Muestra 5			
			42 min. de	Exposición		
Cód. Solicitante	Medidas DO		X DOx ± DS	XDO± DS	%Viabilidad	Resultado
		5,960				
Muestra 5:		4,828		5,32±0,55	103%	NI
Tejido lavado con	DO1	5,053	5,33±0,51			
Alantoina + Probiótico		5,532				
		5,960				
		4,690	5,24±0,78			
	DO2	4,537				
		5,960				
		4,840				
	DO3	5,960				
		5,238	5,38±0,47			
		5,540				

Ilustración 60. Irritación dérmica obtenida en la muestra: Tejido lavado con Alantoína + probiótico

			Muestra 6		,, 141	
			42 min. de l	Exposición		
Cód. Solicitante	Medidas DO		X DOx ± DS	XDO ± DS	%Viabilidad	Resultado
		5,960				
		5,960		5,53±0,61	107%	NI
Muestra 6:	DO1	4,452	5,54±0,75			
Tejido tratado con O <sub>3</sub>		5,960				
al 90%		5,233	F 4010 66			
		4,581				
	DO2	5,960	5,40±0,66			
	0.000.000.000	5,960				
		5,960				
		5,960				
		5,960	5,66±0,56			
		4.841	Contraction of the last			

Ilustración 61.Irritación dérmica obtenida en la muestra: Tejido tratado con 0₃ al 90%.

#### **Conclusiones:**

Ninguna de las muestras analizadas produce irritación dérmica in vitro.





# **REACCIONES CUTÁNEAS**

Por último, se ha evaluado la aceptabilidad cutánea de un tejido funcionalizado referenciado como "Tejido lavado Gyrowash Urea + probiótico", aplicado en contacto directo con la piel bajo condiciones normales, en voluntarios sanos.

# Criterios de inclusión de voluntarios:

• Número de voluntarios: 10

Edad: 18-65 añosSexo: Ambos.

• Fototipo de piel: I-II-III

• Estar de acuerdo en participar voluntariamente en el estudio.

## Tabla de información de voluntarios:

VOLUNTARIO	SEXO	EDAD	TIPO DE PIEL	FOTOTIPO
1	Mujer	60	Normal	III
2	Mujer	18	Normal	II
3	Mujer	25	Normal	III
4	Mujer	39	Sensible	II
5	Mujer	54	Sensible	II
6	Hombre	61	Normal	I
7	Hombre	48	Normal	III
8	Hombre	33	Sensible	I
9	Hombre	40	Sensible	II
10	Hombre	20	Sensible	I

Tabla 20. Información de los voluntarios analizados.





### Resultados de la evaluación llevada a cabo por u dermatólogo:

- ✓ Ninguno de los voluntarios incluidos en el estudio presentó patología cutánea de índole inflamatoria o infecciosa en la zona de aplicación del producto inicialmente al estudio, criterio que era necesario para que los participantes pudieran ser incluidos en el estudio.
- ✓ Ninguno de los voluntarios incluidos en el estudio presentó patología cutánea de índole inflamatoria o infecciosa, o reacción adversa cutánea en la zona de aplicación del producto tras 4 horas de contacto.

#### **Conclusiones:**

Se puede concluir que el contacto directo del "Tejido lavado Gyrowash Urea + probiótico" **no ha provocado ninguna reacción cutánea** en ninguno de los voluntarios que han participado en el estudio.

#### T2.4. Coordinación técnica y validación

En esta tarea se ha llevado una selección y seguimiento de los colaboradores (preparación parte técnica de ofertas y contratos), un control y seguimiento de los RRHH (reasignación, parte de horas, etc.) e incluso un control de las compras de los fungibles.

Así mismo se ha planteado algún estudio de la viabilidad industrial y un estudio de la viabilidad de resultados (patentabilidad), quedando fuera de esta anualidad y pendiente de desarrollar en 2021.

# FASE 3. TRANSFERENCIA DE CONOCIMIENTO Y DIFUSIÓN

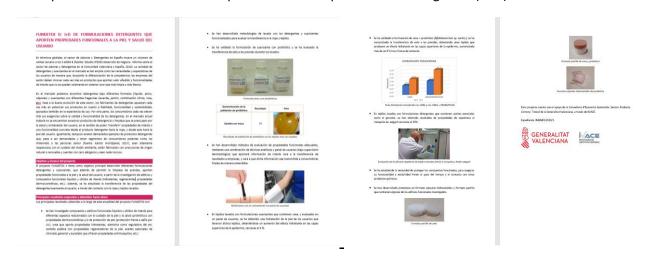
#### T3.1. Transferencia de conocimiento y difusión

Se ha desarrollado un entregable propio de difusión, pero se puede destacar algún plan de comunicación llevado a cabo:





# Se ha publicado un artículo técnico para el Comité Español de la Detergencia (CED)



# Se ha desarrollado una Guía de productos obtenidos:







# 5. RESULTADOS OBTENIDOS





Los principales resultados obtenidos a lo largo de esta anualidad del proyecto FUNDETEX II son:

- Se han investigado compuestos y aditivos funcionales líquidos y sólidos de interés para diferentes
  aspectos relacionados con el cuidado de la piel y la salud como son los probióticos que confieren
  propiedades dermocosméticas y/o de protección de piel frente a daño por UV, urea que aporta
  propiedades hidratantes, alantoína como reguladora del pH, centella asiática con propiedades
  regeneradoras de la piel, aceites esenciales de citronela, geraniol y eucalipto que ofrecen propiedades
  antimosquitos, etc.
- Se han desarrollado metodologías de lavado con los detergentes y suavizantes funcionalizados para evaluar la transferencia a la ropa y tejidos.
- Se han desarrollado métodos de evaluación de propiedades funcionales adecuados, mediante una combinación de técnicas analíticas y panel de usuarios (bajo supervisión dermatológica) que aportará información de interés cara a la transferencia de resultados a empresas, y cara a que dicha información sea transmitida a consumidores finales de manera entendible.
- En tejidos lavados con formulaciones suavizantes que contienen urea, y evaluados en un panel de usuarios, se ha obtenido una hidratación de la piel de los usuarios que llevaron dichos tejidos, obteniéndose un aumento del efecto hidratante en las capas superiores de la epidermis, cercanas al 5 %.
- Se ha validado la formulación de urea + probiótico y se ha comprobado la transferencia de este a las prendas, obteniendo unos tejidos que producen un efecto hidratante en las capas superiores de la epidermis, aumentando más de un 9 % tras 4 horas de contacto.
- Se ha validado la formulación de Suavizante + 2 % Aditivo base arcilla con plata y se ha comprobado la transferencia de este a las prendas, obteniendo unos tejidos que presentan una actividad antibacteriana del 99.9 % frente a *S. aureus* y *K. pneumoniae* y sin causar daño celular por contacto (UNE-EN ISO 10993-1: 2010).
- Se ha establecido la necesidad de proteger los compuestos funcionales, para asegurar su funcionalidad y estabilidad frente al paso del tiempo y el contacto con otros productos químicos.
- Se han desarrollado prototipos en formato cápsulas hidrosolubles y formato pastilla que contienen algunos de los aditivos funcionales investigados.

#### Nuevos productos de cuidado de la piel destinados al complemento del ciclo de lavado.







# Formato Pastillas de urea y probiótico

La urea es una gran aliada para mantener la piel sana y suave de una manera muy natural. Sus propiedades hidratantes y exfoliantes están probadas. Más aún, como favorece la generación de colágeno y elastina, la piel también se vuelve más firme. El probiótico presenta propiedades dermocosméticas con capacidad hidratante.

## **Características**

COMPOSICIÓN
Urea
Probiótico
FORMATO

Pastilla

**FUNCIÓN** 

**Hidratante** 



Pastilla vs capsula comercial

# **Aplicación**

El usuario debe incorporar la pastilla en la última etapa del ciclo de lavado, haciendo uso del compartimento del cajetín destinado al suavizante.

# Personalización

Las pastillas pueden estar formadas por activos en formato sólido. Las pastillas se pueden customizar para incluir diferentes aditivos y compuestos funcionales sólidos de interés (hidratantes, hipoalergénicos, probióticos con propiedades dermocosméticas y/o de protección de piel (Protección frente daño por UV) etc.).

# Resultados

Se ha validado la formulación de urea + probiótico y se ha comprobado la transferencia de este a las prendas, obteniendo unos tejidos que producen un efecto hidratante en las capas superiores de la epidermis, aumentando más de un 9 % tras 4 horas de contacto.



% de hidratación transferida con UREA + PROBIOTICOS





# Suavizante con Plata como ingrediente activo protector

La plata es un agente antimicrobiano de amplio espectro cuya eficacia ha sido probada frente a los microorganismos que nos rodean hoy en día como E. coli, Legionella, Pseudomonas, Salmonella, S. aureus, A. niger, entre otros. Los aditivos de plata previenen el crecimiento de bacterias, mohos y hongos, así como de otros microorganismos.

Por este motivo, la plata es utilizada en infinidad de aplicaciones cosméticas para mantener y proteger el buen estado de la piel. Su valía se manifiesta a nivel epidérmico por sus propiedades antibacterianas, antiinflamatorias y anti-fúngicas.

# Características

COMPOSICIÓN

Suavizante + Aditivo base arcilla con plata

**FORMATO** 

Gel

**FUNCIÓN** 

**Antimicrobiano** 



Suavizante + Plata

# **Aplicación**

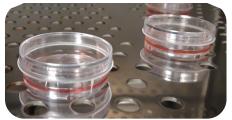
El usuario debe incorporar el suavizante con plata en el último ciclo de lavado, haciendo uso del compartimento del cajetín destinado al suavizante.

#### Personalización

El suavizante puede estar formado por activos en formato sólido y líquido. El suavizante se puede customizar para incluir diferentes aditivos y compuestos funcionales líquidos y sólidos de interés (hidratantes, hipoalergénicos, probióticos con propiedades dermocosméticas y/o de protección de piel (Protección frente daño por UV) etc.).

### Resultados

Se ha validado la formulación de Suavizante + Aditivo base arcilla con plata y se ha comprobado la transferencia de este a las prendas, obteniendo unos tejidos que presentan una actividad antibacteriana del 99.9 % frente a *S. aureus* y *K. pneumoniae* y sin causar daño celular por contacto (UNE-EN ISO 10993-1: 2010).







# Formato Cápsulas Hidrosolubles de Probiótico

Los probióticos hoy forman parte de la vanguardia en tratamiento por su poder de reparar, calmar y mejorar el equilibrio de la barrera epidérmica. Los probióticos ayudan a mantener ese delicado equilibrio de la flora cutánea y por tanto ayuda a mejorar tanto la resistencia como la defensa de la piel. Son además un arma excelente para mejorar la irritación, calmar y reparar la piel, que ayuda especialmente a las pieles agredidas o sensibles.

# Características

COMPOSICIÓN
Probiótico
FORMATO
Cápsula hidrosoluble
FUNCIÓN
Protección de la piel frente daño por UV



Cápsula hidrosoluble probiótico

# **Aplicación**

El usuario debe incorporar la capsula en la última etapa del ciclo de lavado, haciendo uso del compartimento del cajetín destinado al suavizante.

# Personalización

Las cápsulas pueden estar formadas por activos en formato sólido y líquido. Las cápsulas se pueden customizar para incluir diferentes aditivos y compuestos funcionales sólidos de interés (hidratantes, hipoalergénicos, probióticos con propiedades dermocosméticas y/o de protección de piel (Protección frente daño por UV) etc.).

#### Resultados

Se ha validado la formulación de probiótico y se ha comprobado la transferencia de este a las prendas.

Determinación de la población de probiótico	Resultado	Foto
Siembra en masa	78	

Resultado de población de probiótico en los tejidos tras los lavados





# 6. IMPACTO EMPRESARIAL





#### **QUIMICAS ORO**

En cuanto a la transferencia y promoción de resultados, el desarrollo de nuevos productos de cuidado de la piel en formato duo-caps destinados al complemento del ciclo de lavado desarrollado por AITEX en el PT2 del FUNDETEX II ha sido transferido a "Químicas ORO SAU" con sede en Valencia, a través de una propuesta de posible colaboración.

#### INDUSTRIA JABONERA LINA SA.U.

A partir del estudio de compuestos y aditivos funcionales desarrollado por AITEX en el PT2 del proyecto, e identificar ciertos probióticos como aditivo funcional de interés, la transferencia de conocimiento se ha concretado en este caso con una colaboración de AITEX en el marco de un proyecto CDTI que está desarrollando la empresa.





# 7. COLABORADORES EXTERNOS DESTACADOS





#### 1. LABORATORIOS ARGENOL

Laboratorios Argenol ofrece soluciones antimicrobianas para luchar contra un amplio espectro de bacterias, evitando infecciones y crecimiento de bacterias que proliferan a nuestro alrededor.

Gracias al trabajo del departamento de calidad, Laboratorios Argenol tiene certificados de Buenas Prácticas de Fabricación, emitidos por la Agencia Española del Medicamento, de la mayoría de los principios activos fabricados y que son usados en productos sanitarios o medicamentos.

Laboratorios Argenol se ha encargado de suministrar fabricados con principios activos antimicrobianos sobre diferentes soportes (arcilla, zeolitas, etc.).

#### 2. UPV

Se ha contado con la colaboración de la Universitat Politécnica de Valencia (UPV) para el desarrollo de formatos de presentación de los productos detergentes/suavizantes y aditivos funcionales.

- Desarrollo del proceso de extrusión de película con un polímero que AITEX ha proporcionado. Se han producido al ancho máximo que alcance el equipo.
- Proceso de compresión en formato polvo de detergente/aditivo proporcionado por AITEX.
- Moldeado de los films obtenidos en la extrusión de película mediante la termoformadora.

#### 3. INDUSTRIA JABONERA LINA SA.U

Se ha contado con la colaboración de LINASA para el asesoramiento en el desarrollo de formulaciones base detergentes/suavizantes. Se requiere de los siguientes servicios técnicos de LINASA en el proyecto.

- Asesoramiento en el desarrollo de formulaciones base detergentes/suavizantes (ingredientes, proporciones recomendadas (%), función de cada ingrediente, como procesarlos, incompatibilidades, protocolo de mezclado, procedimiento de trabajo con reactores, aspectos relacionados con la seguridad del propio equipo, método de actuación de un detergente, etc.).
- Asesoramiento en el desarrollo del formato/envase de estos detergentes/suavizantes, packaging tipo duo caps (material a emplear, espesores del film, resistencia necesaria, formulaciones susceptibles de ser envasadas, densidad de las formulaciones, diseño del packaging, etc.).