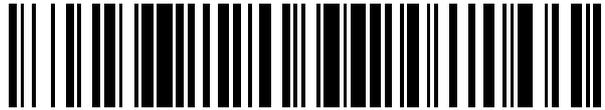


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 759 943**

21 Número de solicitud: 201930819

51 Int. Cl.:

C08L 23/10	(2006.01)
C08L 23/04	(2006.01)
C08L 75/04	(2006.01)
C08K 9/10	(2006.01)
A61L 9/012	(2006.01)
B29B 7/88	(2006.01)
B60R 13/02	(2006.01)
B60H 3/00	(2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

23.09.2019

30 Prioridad:

24.09.2018 FR 18 58637

43 Fecha de publicación de la solicitud:

12.05.2020

71 Solicitantes:

**FAURECIA INTERIEUR INDUSTRIE (100.0%)
23-27 Avenue des Champs Pierreux
92000 NANTERRE FR**

72 Inventor/es:

**VASILESCU, Claudiu y
SANCHEZ GARCIA, Dolores**

74 Agente/Representante:

SALVÀ FERRER, Joan

54 Título: **REVESTIMIENTO INTERIOR ODORIZADO DE UN VEHÍCULO**

57 Resumen:

La solicitud se refiere a un revestimiento interior de un vehículo que comprende al menos un polímero termoplástico y cápsulas que comprenden al menos un aroma encapsulado en una cubierta que comprende gelatina, un procedimiento para la preparación del mismo y el uso del mismo para odorizar el compartimento de un vehículo.

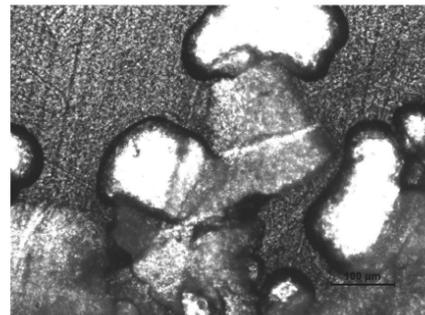


FIG.2

DESCRIPCIÓN

Revestimiento interior odorizado de un vehículo

5 La presente invención se refiere a un revestimiento interior odorizado de un vehículo.

10 El procedimiento habitual para odorizar el compartimento del coche es el uso de un dispensador de aroma de ambientador (tal como árbol de pino), que es fácil de reemplazar y a bajo precio. Sin embargo, como generalmente se engancha en las ventilaciones de aire, no es estético. Además, debe reemplazarse con frecuencia.

20 Por lo tanto, se requiere el desarrollo de un nuevo procedimiento de liberación de aroma dentro del compartimento de un vehículo, tal como un coche.

25 Para este fin, según un primer objeto, la invención se refiere a un revestimiento interior de un vehículo que comprende al menos un polímero termoplástico y cápsulas que comprenden al menos un aroma encapsulado en una cubierta que comprende gelatina.

30 Generalmente, las cápsulas se dispersan dentro del polímero termoplástico, que típicamente forma la matriz del revestimiento interior.

40 Ventajosamente, la fuente de olor está integrada en el material del revestimiento interior de vehículo. Se libera un aroma continuo que provoca una sensación agradable (aromaterapia) sin requerir la atención del usuario.

45 El aroma se encuentra dentro del núcleo de las cápsulas y está protegido por la cubierta que comprende gelatina.

50 Preferiblemente, la gelatina tiene un número de fuerza de gelificación de 225 a 325, particularmente de 250 a 300, y/o una masa molecular promedio de 50 000 a 100 000 g/mol.

60 Típicamente, en las cápsulas, el peso del aroma frente al peso de la gelatina es de 4/10 a 30/40, particularmente de 6/10 a 7/10, preferiblemente aproximadamente 40/60, determinándose dicha relación generalmente por al menos 10 partículas.

Generalmente, la cubierta de las cápsulas comprende al menos un 75 % en peso, particularmente al menos un 90 % en peso, preferiblemente al menos un 95 % en peso, mucho más preferiblemente al menos un 99 % en peso de gelatina. Mucho más preferiblemente, la cubierta está constituida por gelatina.

5

El aroma también se conoce como un olor, fragancia o sabor y es un compuesto que tiene un olor. El aroma o la mezcla de aromas se pueden elegir de aceites esenciales, aromas de frutas y bayas tales como: cítricos, almendra, manzana, cereza, uva, pera, piña, naranja, fresa, frambuesa y almizcle; aromas de flores tales como lavanda, rosa, iris, clavel, gardenia, rosa de té, violeta, jacinto, magnolia, mimosa, madreelva, jazmín, narciso, azahar, orquídeas, arveja dulce, nardo y lila; olores de bosque y hierbas tales como cedro, pino, sasafrás y abeto; aceites esenciales tales como especias, menta, vainillina, menta verde; otras fragancias tales como cuero, acacia, casia, ciprés, ciclamen, helecho, espinos y similares, siendo particularmente preferida la vainillina.

25

Las cápsulas pueden comprender uno o más aromas.

30

Las cápsulas pueden encapsular, además del al menos un aroma, un disolvente, por ejemplo, elegido entre éteres glicólicos, agua, alcohol y mezclas de los mismos. La naturaleza del disolvente depende de la naturaleza de la cubierta del polímero. Dicho disolvente puede ayudar a la preparación de las cápsulas, particularmente cuando se preparan mediante secado por pulverización.

40

En una realización, el revestimiento interior comprende al menos dos tipos de cápsulas, en el que un tipo de cápsulas comprende al menos un aroma que difiere del aroma del otro tipo de cápsulas.

45

Las cápsulas dentro del revestimiento interior generalmente tienen un diámetro medio medido por microscopía óptica comprendido entre 5 y 100 μm , particularmente entre 10 y 75 μm , preferiblemente de 25 a 50 μm . La medición se realiza en al menos 10 cápsulas.

55

Preferiblemente, la proporción en peso de las cápsulas frente al polímero o polímeros termoplásticos es del 1 al 40 %, en particular del 5 al 40 %. Por encima del 40 % en peso, la calidad de la dispersión de las cápsulas dentro del polímero

60

termoplástico puede disminuir. Por "polímero o polímeros termoplásticos" se entiende un polímero termoplástico cuando la parte comprende solo un polímero termoplástico, y la mezcla de polímeros termoplásticos cuando comprende varios polímeros termoplásticos.

Preferiblemente, la proporción en peso del aroma (o mezcla del mismo) dentro del revestimiento interior es del 0,5 al 25 %, en particular del 1 al 20 %, preferiblemente del 2 al 16 %.

El polímero termoplástico se puede elegir entre poli(metacrilato de metilo) (PMMA), acrilonitrilo butadieno estireno (ABS), poliamidas tales como nylon, polilactida (PLA), policarbonato (PC), poliéter éter cetona (PEEK), polietileno (PE), polipropileno (PP), sulfuro de polifenileno (PPS), poliestireno (PS), cloruro de polivinilo (PVC), politetrafluoroetileno (PTFE), poliuretano (PUR), copolímeros de los mismos y mezclas de los mismos, particularmente de polietileno (PE), polipropileno (PP), poliuretano (PUR), copolímeros de los mismos y mezclas de los mismos, preferiblemente de polipropileno (PP) y poliuretano (PUR) y mezclas de los mismos. Como se describe aquí posteriormente, PP es particularmente apropiado para preparar guarnecidos interiores moldeados por inyección, mientras que PUR es particularmente apropiado para preparar guarnecidos interiores de espuma.

Preferiblemente, el revestimiento interior es un panel de puerta, un panel de instrumentos, un conducto de aire o una ventilación de aire.

Según un segundo objeto, la invención se refiere a un procedimiento para preparar el revestimiento interior como se ha definido anteriormente, que comprende las etapas de:

- a) proporcionar cápsulas que comprenden al menos un aroma encapsulado en una cubierta que comprende gelatina,
- b) poner dichas cápsulas en contacto con al menos un polímero termoplástico en condiciones que permitan obtener el revestimiento interior.

Las cápsulas proporcionadas en la etapa a) generalmente tienen un diámetro medio medido por microscopía óptica de 0,1 a 10 μm , preferiblemente de 1 a 5 μm .

El procedimiento puede comprender, antes de la etapa a), una etapa a0) para preparar las cápsulas mediante secado por pulverización de una solución que

comprende gelatina y al menos un aroma. La solución es preferiblemente una solución acuosa. El secado por pulverización puede realizarse ventajosamente de forma continua. Son posibles otros procedimientos, tales como:

- liofilización, pero la liofilización es generalmente un procedimiento discontinuo, o
- 5 - electrohilado, pero este procedimiento es más costoso que el secado por pulverización.

10 En una primera alternativa, la etapa b) comprende las siguientes subetapas:

b1) mezclar por fusión al menos un polímero termoplástico con dichas cápsulas para obtener gránulos que comprenden cápsulas dispersas dentro de una matriz de polímero o
15 polímeros termoplásticos,

b2) inyectar dichos granulados con el fin de obtener el revestimiento interior.

20 Las cápsulas son ventajosamente capaces de resistir el procedimiento térmico y de cizallamiento de la formación de compuestos y la inyección.

25 El polímero termoplástico es preferiblemente polipropileno.

30 En una segunda alternativa, la etapa b) se implementa mediante la formación de espuma de polímero de una mezcla de dichas cápsulas y de dicho polímero o polímeros termoplásticos.
35

40 El polímero termoplástico se selecciona preferiblemente de poliuretanos y mezclas de los mismos.

45 Esta alternativa es particularmente adecuada para preparar revestimiento interior de espuma, tal como el panel de instrumentos de espuma.

50 Según un tercer aspecto, la invención se refiere a un revestimiento interior que se puede obtener, u obtenido, por los procedimientos descritos anteriormente.

55 Según un cuarto aspecto, la invención se refiere al uso de un revestimiento interior como se ha definido anteriormente para odorizar el compartimento de un vehículo tal como un coche.

60 Los Ejemplos y figuras a continuación ilustran la invención.

FIGURAS:

Figura 1: Microscopía óptica de la superficie de uno de los gránulos obtenidos en el ejemplo 3.1.

Figura 2: Microscopía óptica de la superficie de una de las partes obtenidas en el ejemplo 3.1.

Figura 3: Liberación acumulativa de vainillina en $\mu\text{g/l}$ frente al tiempo en días para:

- un gránulo que tiene un espesor de $100\ \mu\text{m}$ y que comprende PP y el 15 % en peso de cápsulas (rombo más oscuro),
- un gránulo con un espesor de 2 mm y que comprende PP y el 15 % en peso de cápsulas (cuadrado),
- un gránulo que tiene un espesor de $100\ \mu\text{m}$ y que comprende PP y el 7,5 % en peso de cápsulas (triángulo),
- un gránulo con un espesor de 2 mm y que comprende PP y el 7,5 % en peso de cápsulas (cruz),
- una parte moldeada por inyección que comprende PP y el 15 % en peso de cápsulas (sin signo),
- una parte moldeada por inyección que comprende PP y el 7,5 % en peso de cápsulas (rombo más claro),

(ejemplo 3.2).

EJEMPLOS:

En los siguientes ejemplos:

- Se usó vainillina (CARIN. VAINILLA FCAP (Código de producto: P952525) de Carinsa - que comprende el 80 % en peso de dowanol y el 20 % en peso de vainillina) como aroma,
- Se usó gelatina comestible 275 Bloom de GELCO (Origen: Bovino, es decir, obtenida por hidrólisis parcial de colágeno contenido en pieles de vacuno) (que tiene una temperatura de degradación de inicio cercana a $270\ ^\circ\text{C}$) como gelatina.

Ejemplo 1: Preparación de cápsulas que comprenden un polímero formador de película que encapsula vainillina

1.1. Eficiencias de encapsulación de vainillina usando diferentes polímeros formadores de película y diferentes procedimientos de encapsulación

Se probaron cuatro polímeros formadores de película diferentes, es decir:

- gelatina,
- 5 - alcohol polivinílico (PVOH) (Poli(alcohol vinílico) completamente hidrolizado P1763 de Sigma-Aldrich,
- almidón (Almidón, S9765 soluble de Sigma-Aldrich) y
- 10 - quitosano (Quitosano, alto peso molecular 419419 de Sigma-Aldrich).

15 Cada polímero (gelatina, PVOH, Almidón o Quitosano) se dispersó en agua a aproximadamente 70°C en una relación en peso de 50 de polímero por 50 de agua en un matraz y después se incorporó el 40 % en peso de aroma frente a la cantidad total de
20 (agua + polímero).

25 Se utilizaron tres procedimientos, es decir, liofilización o secado por pulverización, que conducen a cápsulas, y electrohilado, que conduce a fibras.

30 La eficiencia de encapsulación de vainillina se determinó usando cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS). En todos los experimentos se utilizó una GC Agilent HP 7890 serie II (Hewlett-Packard, Palo Alto, CA) con un detector selectivo de masas HP 5975C (Hewlett-Packard) equipado con un muestreador multipropósito Gerstel
35 MPS2 (Gerstel, Alemania). La extracción de la vainillina del espacio vacío se realizó utilizando una microextracción en fase sólida (SPME) con una fibra de polidimetilsiloxano (PDMS) de 100 µm para soporte automático (Supelco, Bellefonte, PA).
40

45 Para cada experimento, se pesaron aproximadamente 30 mg de cápsulas (o fibras para las obtenidas por electrohilado) en un vial con espacio vacío de 20 ml sellado con un septo de silicona con revestimiento de PTFE y se añadió 1 ml de agua o agua acidificada para disolver las cápsulas y facilitar la liberación de vainillina de las estructuras. Los
50 viales se agitaron vigorosamente para garantizar la completa desintegración de la cápsula. Después, los viales se mantuvieron a 100°C durante 0,5 minutos para equilibrar su espacio vacío. Después, la fibra SPME se expuso al espacio vacío mientras se
55 mantuvo la muestra a 100°C durante 15 minutos en modo de agitación para favorecer la liberación. Antes de cada inyección, la fibra se horneó a 240°C durante 10 min. Los compuestos adsorbidos por la fibra se desorbieron en el puerto de inyección de la GC-MS

a 240°C usando inyección dividida (relación dividida 10:1). La cuantificación de la vainillina se realizó después de la preparación de curvas de calibración que contenían aproximadamente 30 mg de matrices procesadas y diferentes cantidades conocidas del compuesto aromático. Se ejecutaron muestras por triplicado. Como se observó en las curvas de calibración, para algunas de las matrices utilizadas, los coeficientes de correlación fueron inferiores a 0,98, lo que indica que la propia matriz afectó al equilibrio entre las fases líquida y gaseosa dentro de los viales y, por lo tanto, se esperaron mayores errores en la cuantificación (lo que explica rendimientos de encapsulación superiores al 100 % para algunos de los encapsulados desarrollados).

La proporción en peso de vainillina dentro de las cápsulas fue del 40 %.

Polímero formador de gel	procedimiento de encapsulación	Encapsulación Estructuras*	Encapsulación Eficiencia* (%)
Gelatina	Liofilización	buena	98 ± 5
	Secado por pulverización	buena	108 ± 11
	Electrohilado	buena	111 ± 4
PVOH	Liofilización	buena	99 ± 20
	Secado por pulverización	buena	48 ± 5
	Electrohilado	buena	73 ± 32
Almidón	Liofilización	buena	76 ± 15
	Secado por pulverización	buena	109 ± 10
	Electrohilado	mala	ND (no adecuada para el almidón)
Quitosano	Liofilización	buena	61 ± 29
	Secado por pulverización	mala	ND
	Electrohilado	mala	ND (descartada porque se obtuvieron bajas productividades)

* "Buena" significa que la SEM puede observar la morfología de las microcápsulas o microfibras, al contrario de "mala", en el que no se observa una organización espacial (solo se observan aglomerados sin ninguna forma esférica o de fibra).

ND: sin determinar

Tabla 1: Eficiencia de encapsulación de la vainillina dentro de cápsulas que tienen una cubierta de polímero formador de gel en función de la naturaleza del polímero formador de gel y del procedimiento de encapsulación.

1.2: Prueba de envejecimiento de las microcápsulas que tienen una cubierta de polímero formador de película que encapsula la vainillina

Se introdujeron aproximadamente 30 mg de cápsulas en viales, que se colocaron en un horno a 100°C. La relación de las microcápsulas conservadas con una cubierta de gelatina se determinó para diferentes momentos (0 h (La relación no siempre es del 100 % a t = 0 h debido a la variabilidad de la metodología por cromatografía de masas (150 h, 300 h y 900 h).

	Relación (%) de microcápsulas conservadas con una cubierta de gelatina			
	En t = 0 h	En t = 150 h	En t = 300 h	En t = 900 h
Procedimiento de encapsulación				
Liofilización	98 %	96 %	73 %	68 %
Secado por pulverización	100 %	97 %	84 %	63 %
Electrohilado	100 %	85 %	65 %	52 %

Tabla 2: Resultados de la prueba de envejecimiento de microcápsulas que tienen una cubierta de gelatina

	Relación (%) de microcápsulas conservadas con una cubierta de almidón			
	En t = 0 h	En t = 150 h	En t = 300 h	En t = 900 h
Procedimiento de encapsulación				
Liofilización	76 %	67 %	37 %	34 %
Secado por	100 %	85 %	67 %	58 %

pulverización				
Electrohilado	-	-	-	-

Tabla 3: Resultados de la prueba de envejecimiento de microcápsulas que tienen una cubierta de almidón

5

		Relación (%) de microcápsulas conservadas con una cubierta a base de PVOH			
		En t = 0 h	En t = 150 h	En t = 300 h	En t = 900 h
10	Procedimiento de encapsulación				
15	Liofilización	99 %	19 %	0 %	0 %
20	Secado por pulverización	48 %	22 %	0 %	0 %
25	Electrohilado	73 %	23 %	0 %	0 %

Tabla 4: Resultados de la prueba de envejecimiento de microcápsulas que tienen una cubierta de PVOH

30

		Relación (%) de microcápsulas conservadas con una cubierta a base de quitosano			
		En t = 0 h	En t = 150 h	En t = 300 h	En t = 900 h
35	Procedimiento de encapsulación				
40	Liofilización	61 %	0 %	0 %	0 %
45	Secado por pulverización	-	-	-	-
50	Electrohilado	-	-	-	-

Tabla 5: Resultados de la prueba de envejecimiento de microcápsulas que tienen una cubierta de quitosano

55 La gelatina y el almidón mostraron mejores resultados: Después de 900 h a 100°C, todavía está presente del 60 al 70 % del contenido de vainillina, mientras que la vainillina se perdió o se degradó durante la prueba de envejecimiento con microcápsulas de cubierta a base de PVOH o quitosano.

60

Ejemplo 2: Películas que comprenden PP y microcápsulas

2.1. Preparación de películas que comprenden PP y microcápsulas mediante mezcla por fusión

5

Se prepararon películas (espesor 2 mm, dimensiones 5 x 7 cm) mezclando por fusión una mezcla de polipropileno ("CTE9Z-PA15.1-HZD" de APM) y microcápsulas en diferentes proporciones de peso.

10

15

Las microcápsulas que tenían una cubierta de gelatina que encapsulaba vainillina se dispersaron bien en el PP hasta una proporción del 40 % en peso frente al PP.

20

2.2. Liberación de vainillina de las películas

25

La cantidad de vainillina liberada con el tiempo (dos meses) de las películas de PP preparadas que contenían el 15 % en peso o el 25 % en peso de microcápsulas a base de almidón o gelatina se midió usando GC-MS (el mismo aparato que el utilizado en el ejemplo 1.1, con el mismo procedimiento para extraer la vainillina del espacio vacío).

30

35

Para cada experimento, se pesaron aproximadamente 100 mg de películas de PP que contenían el 15 % o el 25 % de cápsulas cargadas de vainillina (matrices de gelatina o almidón) en un vial con espacio vacío de 20 ml sellado con un septo de silicona revestido con PTFE. Los viales se almacenaron a temperatura ambiente durante diferentes intervalos de tiempo y la vainillina liberada al espacio vacío se cuantificó mediante microextracción en fase sólida. Los viales se mantuvieron a 100 °C durante 0,5 minutos para equilibrar su espacio vacío. Después, la fibra SPME se expuso al espacio vacío mientras se mantuvo la muestra a 100°C durante 5 minutos. Antes de cada inyección, la fibra se horneó a 240°C durante 10 min. Los compuestos adsorbidos por la fibra se desorbieron en el puerto de inyección de la GC-MS a 240°C usando inyección dividida (relación dividida 10:1). La cuantificación de la vainillina se realizó después de la preparación de las curvas de calibración que contenían cantidades conocidas de vainillina en dowlanol. Se ejecutaron muestras por triplicado.

40

45

50

55

		Liberación acumulativa de vainillina			
		Película de PP que contiene el 15 % en peso de microcápsulas a base de almidón	Película de PP que contiene el 25 % en peso de microcápsulas a base de almidón	Película de PP que contiene el 15 % en peso de microcápsulas a base de gelatina	Película de PP que contiene el 25 % en peso de microcápsulas a base de gelatina
t (días)	0	0,000	0,000	0,000	0,000
	7	0,347	1,012	19,211	24,26
	14	1,755	1,756	33,827	48,02
	28	1,755	1,756	47,167	6435
	63	1,755	1,756	55,766	75,70

Tabla 6: Liberación acumulativa de vainillina a partir de películas de PP que comprenden cápsulas

Los resultados demuestran que se produjo una liberación rápida de vainillina de las películas de PP que comprenden microcápsulas a base de almidón, mientras que se produjo una liberación más sostenida para las microcápsulas a base de gelatina.

2.3. Vainillina liberada en un volumen de coche y durabilidad

Las películas eran las que contenían el 15 % en peso o el 25 % en peso de microcápsulas a base de gelatina preparadas en el ejemplo 3.

	Cantidad de vainillina	Durabilidad	Liberación/h	Liberación en volumen en un coche
Ambientador comercial para coche (CARINSA S.L. Ambientador para coche)	8000 mg	30-45 días	7,4-11,1 mg/h	74-111 µg/coche.h.m ³
VAINILLINA comercial para coche (1 %)	80 mg		0,074-0.111 mg/h	0,074-0,111 µg/coche.h.m ³

Tabla 7: Liberación de vainillina de productos comerciales (comparativa)

	Liberación/mes	Liberación/h	Liberación/DP	Liberación en volumen en un coche
Película de PP que contiene el 15 % en peso de microcápsulas a base de gelatina	8,6 $\mu\text{g/g}$ de PP.mes.m ³	0,012 $\mu\text{g/g}$ de PP.h.m ³	19 $\mu\text{g/DP.h.m}^3$	76 $\mu\text{g/coche.h.m}^3$
Película de PP que contiene el 25 % en peso de microcápsulas a base de gelatina	11,3 $\mu\text{g/g}$ de PP.mes.m ³	0,012 $\mu\text{g/g}$ de PP.h.m ³	25 $\mu\text{g/DP.h.m}^3$	100 $\mu\text{g/coche.h.m}^3$

DP: Panel de puerta

Tabla 8: Liberación de vainillina a partir de películas de PP que comprenden cápsulas

La comparación de las últimas columnas de las tablas 7 y 8 muestra que la liberación de vainillina en volumen en un coche es la misma para las películas según la invención en comparación con el ambientador comercial para coche.

Cantidad de vainillina	Cantidad	Cantidad en DP	Cantidad en funda para coche	Durabilidad
Película de PP que contiene el 15 % en peso de microcápsulas a base de gelatina	19 mg/g de PP	30 mg/DP	120 mg/funda de coche	130 días*
Película de PP que contiene el 25 % en peso de	32 mg/g de PP	51 mg/DP	204 mg/funda de coche	200 días*

microcápsulas a base de gelatina				
ambientador comercial para coche	80 mg/ambientador			30-45 días

*: simulación teórica

Tabla 9: Durabilidad

2.4. Intensidad global del olor

5 En la tabla 11, las calificaciones son como se indican en la tabla 10.

10

15

20

25

30

Calificación	Percepción del olor
1	No perceptible
1,5	
2	Perceptible, sin incomodar
2,5	
3	Claramente perceptible, pero sin incomodar
3,5	
4	Molesto
4,5	
5	Muy molesto
5,5	
6	Extremadamente molesto

Tabla 10: Calificación para las pruebas de olor

35

40

45

Muestra	A 23 °C			A 80 °C		
	Prueba de olor Nota aritmética	Calificación	Intensidad del olor	Prueba de olor Nota aritmética	Calificación	Intensidad del olor
	24 h a 23 °C	24 h a 23 °C		2 h a 80 °C	2 h a 80 °C	
PP	1,5	1,5	-	2,5	2,5	-

Película de PP que contiene el 15 % en peso de microcápsulas a base de gelatina	3,1	3	1 (+++)	2,9	3	1 (+++)
Película de PP que contiene el 25 % en peso de microcápsulas a base de gelatina	2,7	2,5	2 (++)	2,5	2,5	2,5 (++)
Película de PP que contiene el 40 % en peso de microcápsulas a base de gelatina	2,6	2,5	3(+)	2,7	2,5	2,5 (++)

La "Nota de aritmética de prueba de olor" es el promedio de las 3 pruebas de olor y "Calificación" es el valor final, debido a la especificación según la cual se darán números de 1, 1,5, 2, 2,5, etc.

Tabla 11: Resultados de las pruebas de olor

5

Las pruebas de olor fueron correctas para todas las muestras. La intensidad del olor fue mayor para las películas de PP con menor proporción de vainillina. Una hipótesis para explicarlo podría ser que una menor cantidad de microcápsulas conduce a una mayor dispersión de vainillina a las 2 y 24 h.

10

Ejemplo 3: Partes que comprenden PP y cápsulas

3.1. Preparación de partes por formación de compuestos e inyección

Las cápsulas que comprendían una envoltura de gelatina que encapsulaba vainillina se prepararon mediante secado por pulverización como se describe en el ejemplo 1.

5

Los gránulos se prepararon componiendo gránulos de PP (CTE9Z-PA15.1-HZD) con un 7,5 o un 15 % en peso de dichas cápsulas a un flujo de 8 kg/h de PP, a 100 rpm a una temperatura de 200 a 180°C.

10

Los gránulos obtenidos tenían una buena apariencia. Las cápsulas se dispersaron bien dentro de la matriz de PP. Su diámetro medio era de 25 a 50 μm , según se midió por microscopía óptica. La microscopía óptica de uno de los gránulos obtenidos se muestra en la figura 1.

15

20

Los gránulos obtenidos se inyectaron a una temperatura de inyección de 200 °C, una temperatura de herramienta de 40°C, un tiempo de compactación de 40 s y un ciclo de tiempo de 60 s. Se prepararon partes en forma de campana con un ancho de 100 μm o 2 mm según la Norma ISO 527-2:2012.

25

Las partes obtenidas tenían una buena apariencia. La microscopía óptica de la parte obtenida se muestra en la figura 2, lo que demostró que las cápsulas resistieron el procedimiento térmico y de cizallamiento de la formación de compuestos y la inyección.

30

35

3.2. Liberación de vainillina de las partes preparadas

La liberación de vainillina de los gránulos como se obtuvo después de la formación de compuestos y de las partes según se obtuvieron después de la inyección, se midió por GC-MS con el mismo aparato y procedimiento que el descrito en el ejemplo 2.2.

40

45

Los resultados se muestran en la figura 3.

50

Las partes y los gránulos con un 15 % en peso de cápsulas mostraron una mayor liberación que aquellos con el 7,5 % de cápsulas.

55

La liberación de vainillina se midió por g de PP. Por consiguiente, cuanto mayor es el espesor del gránulo, menor es el área de volumen, y menor es la liberación para la misma masa de PP.

La liberación de vainillina fue mayor que el límite umbral de vainillina.

3.3. Estudio de envejecimiento de las películas

Los estudios de envejecimiento de las películas se realizaron colocando las películas a 100°C durante 100 h, 300 h, 900 h. No se observó liberación de vainillina, según se midió por GC-MS, a las 100 h, 300 h o 900 h.

3.4. Prueba de resistencia a la luz ultravioleta/empañamiento de las partes preparadas

3.4.1. Prueba de resistencia a la luz UV

La prueba de resistencia a la luz UV se realizó mediante el procedimiento "REQ-022298/2 Resistencia a la luz UV, interior, Procedimiento I", es decir, de la siguiente manera:

- Procedimiento de prueba I:

Según VCS 1026,82429 de abril de 2009 (número 1) (meteorómetro-irradiación UV), a 100 °C.

Duración de la prueba 500 h: área de la bandeja trasera, área de la cubierta superior de IP superior, área del volante.

Duración de la prueba 200 h: Áreas de panel de pilar A y C/D (modelos S), área del techo interior y área de cubierta superior de IP inferior

- Requisito del procedimiento I:

Máximo cambio de color, según la escala de grises, de 4/5, según el estándar STD 1026,8201 de Volvo de junio de 2018 (número 5), válido para el área de la cubierta superior del panel de instrumentos (IP) superior y el área del volante.

Máximo cambio de color, según la escala de grises, de 4 según el estándar STD 1026,8201 de Volvo de junio de 2018 (número 5), válido para el área de la bandeja trasera (incluidas las piezas de plástico en los modelos S de respaldo del asiento trasero), techo interior, molduras de pilares, consola del túnel. No se aceptan cambios en el tono del color. No se acepta pérdida de adhesión (pintura, espuma, etc.).

Después del tratamiento, las partes preparadas tuvieron una buena apariencia. No se observó degradación del color de las mismas.

3.4.2. Prueba de empañamiento

La prueba de empañamiento se realizó según VCS 1027,2719 de Volvo de junio de 2018 (número 5), los resultados se proporcionan en la tabla 12.

5	Material probado	Resultado según VCS 1027,2719 (requisito: <0,3 mg)
	PP (CTE9Z-PA15.1-HZD)	0,44 mg
10	parte moldeada por inyección que comprende PP y el 15 % en peso de cápsulas	91,68 mg

Tabla 12: Resultados de la prueba de empañamiento

15 Los inventores suponen que el alto valor obtenido para las partes preparadas podría explicarse debido al dowanol (punto de inflamación de 76,70 °C) presente como disolvente dentro de las cápsulas. Esperan obtener un mejor resultado al reducir el contenido de dowanol, o al evitar el uso del mismo (es decir, con cápsulas sin dowanol).

25 3.5. Propiedades térmicas

30 Las propiedades térmicas se midieron por calorimetría diferencial de barrido (DSC) en un sistema de análisis térmico DSC Q10 típicamente en 7 mg de material seco a una velocidad de barrido de 10 °C/min desde la temperatura ambiente hasta el punto de fusión usando N₂ como gas de purga. Antes de la evaluación, las ejecuciones térmicas se restaron de ejecuciones similares de una bandeja vacía. El equipo DSC se calibró utilizando indio como estándar y, típicamente, se realizaron dos mediciones en las muestras. Los resultados se proporcionan en la tabla 13.

45		Tm (°C)	Xhm (J/g)	Tc (°C)
	PP (comparativo)	166,58 ± 0,28	38,66 ± 6,18	125,22 ± 0,22
50	Parte que comprende el 7,5 % de las cápsulas	166,39 ± 1,56	42,39 ± 0,23	126,29 ± 0,23
55	Parte que comprende el 15 % de las cápsulas	162,87 ± 0,30	38,40 ± 3,57	125,55 ± 0,07

Tabla 13: Propiedades térmicas de las partes que comprenden PP y cápsulas

Incorporación de cápsulas dentro de la matriz de PP:

- Redujo un poco la temperatura de fusión T_m ,
- no cambió la cristalización,
- no modificó las propiedades térmicas de PP.

5

Esto muestra que las condiciones de procesamiento usadas habitualmente para PP pueden mantenerse ventajosamente para PP con cápsulas.

10

REIVINDICACIONES

1.- Revestimiento interior de un vehículo, que comprende:

- al menos un polímero termoplástico y
- cápsulas que comprenden al menos un aroma encapsulado en una cubierta que comprende gelatina.

2.- Revestimiento interior según la reivindicación 1, en el que las cápsulas se dispersan dentro del polímero termoplástico.

3.- Revestimiento interior según la reivindicación 1 o 2, en el que las cápsulas tienen un diámetro medio medido por microscopía óptica comprendido entre 5 y 100 μm , particularmente entre 10 y 75 μm , preferiblemente de 25 a 50 μm .

4.- Revestimiento interior según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el polímero termoplástico se elige de polietileno, polipropileno, poliuretano, copolímeros de los mismos y mezclas de los mismos, preferiblemente de polipropileno y poliuretano.

5.- Revestimiento interior según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la proporción en peso de cápsulas frente al polímero o polímeros termoplásticos es del 1 al 40 %, particularmente del 5 al 40 %.

6.- Revestimiento interior según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que es un panel de puerta, un panel de instrumentos, un conducto de aire o una ventilación de aire.

7.- Procedimiento para preparar el revestimiento interior como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende las etapas de:

- a) proporcionar cápsulas que comprenden al menos un aroma encapsulado en una cubierta que comprende gelatina,
- b) poner dichas cápsulas en contacto con al menos un polímero termoplástico en condiciones que permitan obtener el revestimiento interior.

8.- Procedimiento según la reivindicación 7, que comprende, antes de la etapa a), una etapa a0) para preparar las cápsulas mediante secado por pulverización de una solución que comprende gelatina y al menos un aroma.

5 9. Procedimiento según la reivindicación 7 u 8, en el que la etapa b) comprende las siguientes subetapas:

10 b1) mezclar por fusión al menos un polímero termoplástico con dichas cápsulas para obtener gránulos que comprenden cápsulas dispersas dentro de una matriz de polímero o polímeros termoplásticos,

15 b2) inyectar dichos granulados con el fin de obtener el revestimiento interior.

20 10.- Procedimiento según la reivindicación 7 u 8, en el que la etapa b) se implementa mediante la formación de espuma de polímero de una mezcla de dichas cápsulas y de dicho polímero o polímeros termoplásticos.

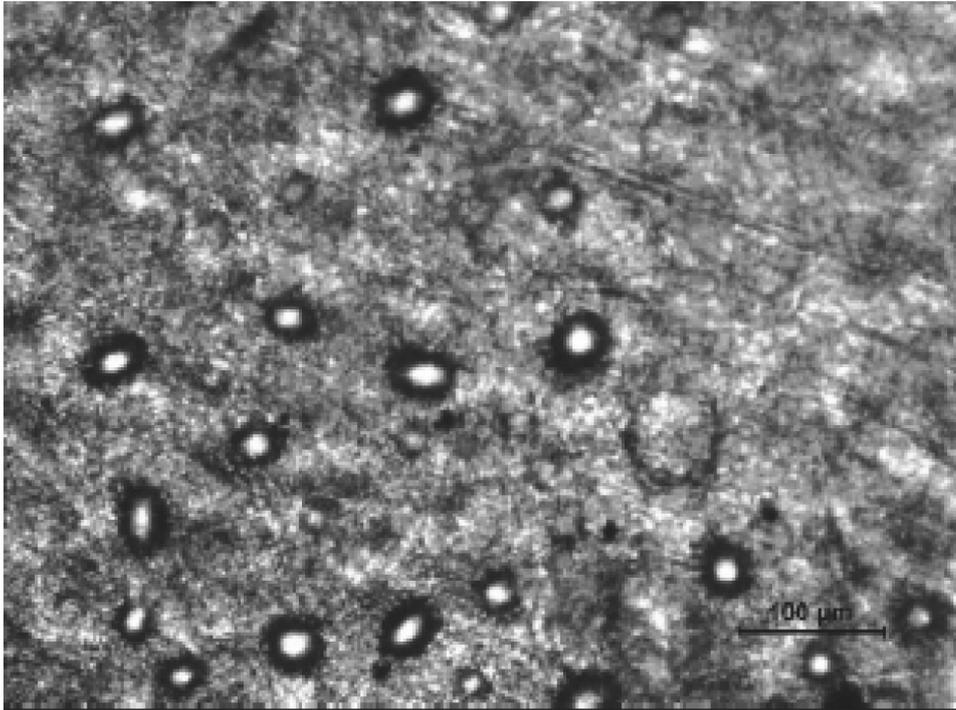


FIG.1

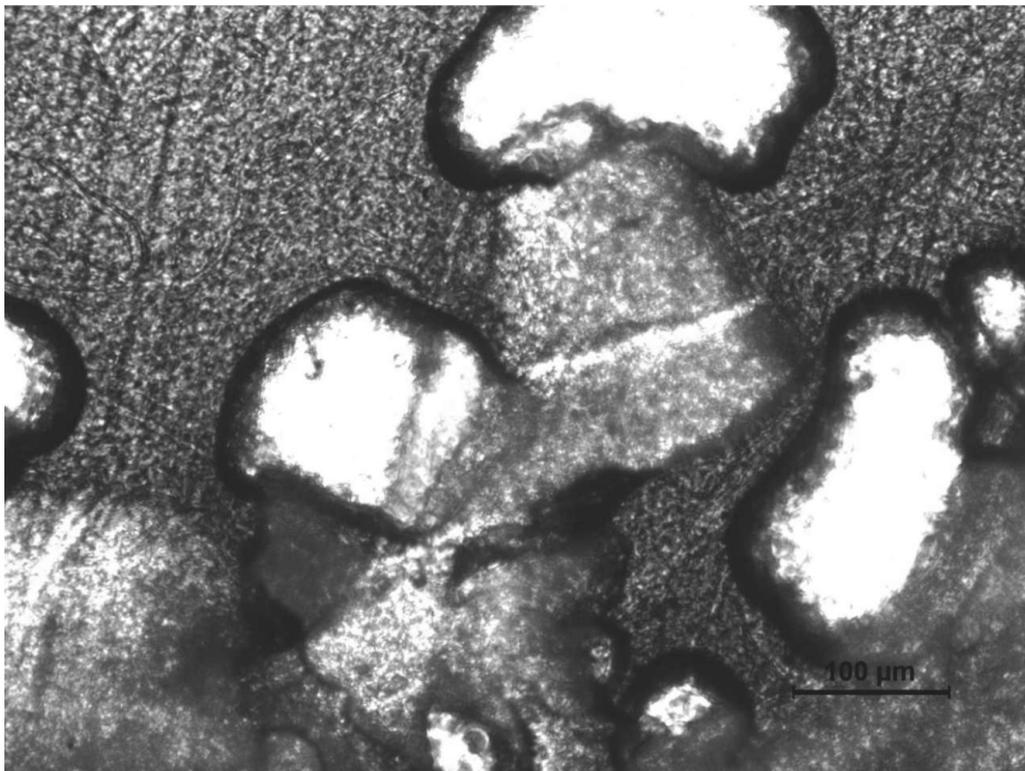


FIG.2

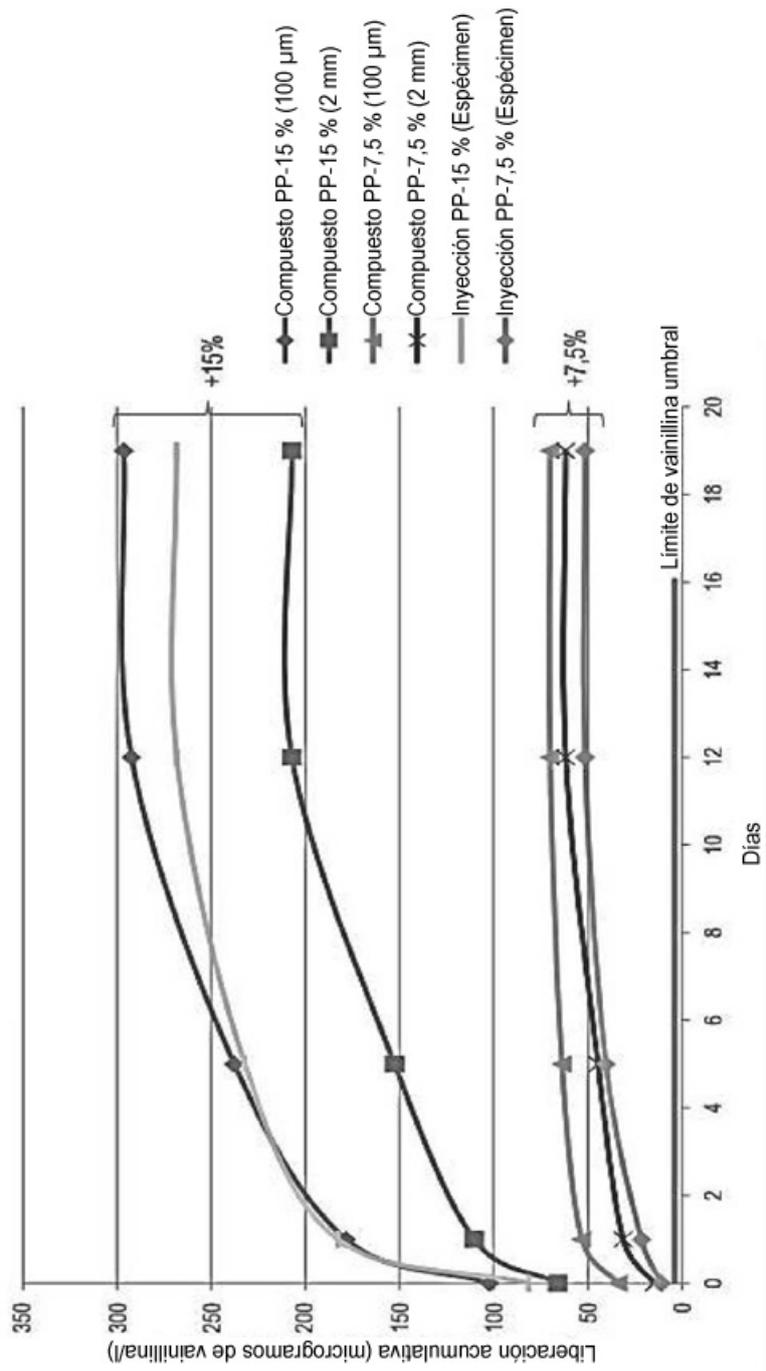


FIG.3