



**Centro Universitario de la Defensa
en la Escuela Naval Militar**

TRABAJO FIN DE GRADO

*Fabricación de fibras de rango micrométrico mediante
electrofibrado*

Grado en Ingeniería Mecánica

ALUMNO: Javier López Ferrer

DIRECTORES: Jesús del Val García

CURSO ACADÉMICO: 2023-2024

Universida_{de}Vigo



Centro Universitario de la Defensa en la Escuela Naval Militar

TRABAJO FIN DE GRADO

Fabricación de fibras de rango micrométrico mediante electrofibrado

Grado en Ingeniería Mecánica
Intensificación en Tecnología Naval
Infantería de Marina

Universida_{de}Vigo

RESUMEN

El presente TFG tiene como objeto la aplicación de la técnica de electrofibrado, también denominado electrohilado o “electrospinning”, para la fabricación de fibras de rango micro y sub-micrométrico empleando diversos materiales con el propósito de mejorar las propiedades químicas, mecánicas y superficiales de los tejidos. La impermeabilidad al agua y la durabilidad de los tejidos en los uniformes militares de campaña de las Fuerzas Armadas son unos de los aspectos más importantes.

La técnica del electrohilado se caracteriza por la producción de fibras a partir de la aplicación de un campo eléctrico de muy alta intensidad a una mezcla de solución polimérica, que consistirá principalmente en acetona con distintas concentraciones de policaprolactona (PCL). En los distintos ensayos realizados se han ido variando los parámetros de entrada como el voltaje aplicado o la velocidad de salida de la solución, entre otros, con la finalidad de mejorar y optimizar el proceso de fabricación de las fibras.

Tras la realización de todos los ensayos propuestos se han llevado a cabo una exhaustiva caracterización de las muestras obtenidas, de cara a evaluar sus distintas propiedades como su carácter hidrofóbico o su capacidad de eliminación de contaminantes orgánicos.

PALABRAS CLAVE

Electrofibrado, Impermeabilidad, Nanopartículas, Fibras micrométricas, Uniformes militares

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer, en primer lugar, al Sr. Del Val García, que tanto ha aportado en este proyecto durante la realización de los ensayos experimentales en el laboratorio de la Escuela Naval Militar, además de proporcionar los distintos materiales y documentos para el montaje del sistema de electrofibrado. Sin su ayuda no se podría haber completado de manera eficiente el proyecto.

Se agradece a la Sra. Devesa Rey por su invaluable ayuda y colaboración en el laboratorio durante la realización del experimento de fotocátalisis en la preparación, desarrollo y supervisión de los ensayos en los que se necesitaban una supervisión profesional.

En segundo lugar, quiero agradecer a mis padres y hermanos por apoyarme no sólo en la realización del trabajo, sino que además en todas las vicisitudes por las que he pasado a lo largo de estos cinco años de formación en la Escuela Naval Militar.

Agradecer por último el apoyo transmitido y ayuda por parte de mis compañeros de armas y amigos Gonzalo Rivas, Iván Baena y Pedro Palacios, con los que tantos buenos y malos momentos he podido compartir desde que los conocí en la fecha de ingreso en las Fuerzas Armadas.

CONTENIDO

Contenido	1
Índice de Figuras	3
Índice de Tablas.....	5
1 Introducción y objetivos	6
1.1 Descripción del apartado.....	6
2 Estado del arte	8
2.1 Definición del electrofibrado	8
2.1.1 Industria textil, desarrollo	8
2.1.2 Historia de la Ciencia y la tecnología del electrohilado	10
2.2 Parámetros y características	12
2.2.1 Fundamentos del proceso	12
2.2.2 Propiedades del material precursor.....	13
2.2.3 Condiciones de procesamiento	14
2.2.3.1 Voltaje aplicado.....	15
2.2.3.2 Caudal de alimentación	15
2.2.3.3 Diámetro interno de la aguja	16
2.2.3.4 Distancia entre la punta de la aguja y el colector	16
2.2.3.5 Propiedades del colector.....	16
2.3 Aplicaciones.....	17
2.3.1 Dispositivos electrónicos	17
2.3.2 Aplicaciones medioambientales	18
2.3.3 Aplicaciones energéticas	19
2.3.4 Aplicaciones biomédicas	19
2.3.5 Aplicaciones textiles.....	20
2.4 Nuevas aplicaciones y prospectiva	22
3 Materiales y métodos.....	24
3.1 Sistema experimental	24
3.1.1 Descripción general del sistema experimental	24
3.2 Materiales precursores	25
3.2.1 Bomba de infusión.....	25
3.2.2 Aguja, jeringa y tubo de conexión.....	26
3.2.3 Generador de alta tensión	27
3.2.4 Termohigrómetro.....	28

3.2.5 Caja protectora de metacrilato	28
3.2.6 Ensamblaje de posicionamiento entre aguja y colector	29
3.2.7 Contraelectrodo.....	29
3.2.8 Pértiga de maniobra	30
3.3 Preparación de las soluciones poliméricas	31
3.3.1 Preparación de los reactivos	31
3.4 Metodología de fabricación de las fibras	31
3.5 Caracterización de las fibras	32
3.5.1 Caracterización morfológica de las muestras	32
3.5.2 Evaluación de las propiedades hidrofóbicas	33
3.5.3 Evaluación de las propiedades fotocatalíticas de las muestras	35
3.5.4 Caracterización química de las fibras	36
4 Ensayos experimentales	38
4.1 Ensayos experimentales	38
4.1.1 Acetona	38
4.1.2 Ensayos con mezcla de acetona y PCL.....	40
4.1.2.1 Influencia de la cantidad de PCL.....	42
4.1.2.2 Efecto del caudal de bombeo.....	43
4.1.2.3 Efecto del voltaje.....	44
4.1.2.4 Efecto de la distancia.....	44
4.1.3 Ensayos con PCL y nanopartículas de TiO ₂	44
4.1.3.1 Propiedades hidrofóbicas	48
4.1.3.2 Ensayos fotocatalíticos	48
4.1.4 Ensayos con PCL y nanopartículas de SiO ₂	50
4.1.4.1 Propiedades hidrofóbicas	52
4.1.5 Medición del ángulo de contacto	52
4.1.6 Ensayos fotocatalíticos	¡Error! Marcador no definido.
4.1.7 Caracterización química de las muestras	54
5 Conclusiones y líneas futuras	56
5.1 Resumen de las muestras obtenidas	56
5.2 Líneas futuras	57
6 Bibliografía.....	58
Anexo I: Implicaciones Sociales, y/o Económicas, y/o Ambientales	61
Anexo II: Reflexiones Éticas y Sociales	63

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1: Infantes del grupo Dédalo durante la operación de rescate en Turquía [2]	7
Figura 2-1 Esquema del proceso MB [4]	9
Figura 2-2 Fabricación de tejidos artificiales mediante ingeniería tisular [6].....	9
Figura 2-3 Síntesis y caracterización mecánica de nanofibras no tejida mediante el proceso de electrohilado [7]	10
Figura 2-4 Científico Anton Formhals [8].....	10
Figura 2-5 Imagen esquemática de electrohilado [9]	11
Figura 2-6 Descripción gráfica del cono de Taylor [11]	12
Figura 2-7 Microfibras con perlas en su morfología. [13]	14
Figura 2-8 Variación de la morfología de la fibra según el voltaje aplicado entre la aguja y el colector [12]	15
Figura 2-9 Tipos de colectores para el electrohilado [18].....	17
Figura 2-10 Representación esquemática del conjunto multicapa del traje estructural de extinción de incendios [24].....	21
Figura 3-1 Diagrama de bloques del sistema experimental de electrohilado.....	24
Figura 3-2 Bomba de jeringa KDS LEGATO 100.....	26
Figura 3-3 Jeringa conectada a tubo de conexión (izquierda), aguja conectada a tubo de conexión (derecha).....	27
Figura 3-4 Generador de tensión Genvolt 73030	27
Figura 3-5 Termohigrómetro comercial	28
Figura 3-6 Caja de metacrilato protectora, imagen de la derecha detalle del sistema de cierre.....	29
Figura 3-7 Contraelectrodo conectado a papel de aluminio.....	30
Figura 3-8 Cable de toma de tierra conectado al generador de tensión (izquierda) Pértiga de maniobra empleada en el laboratorio (derecha)	30
Figura 3-9 Estructura molecular de la policaprolactona [26].....	31
Figura 3-10 Software informático DinoCapture 2.0	33
Figura 3-11 Microscopio Dino-High Magnification Lite.....	33
Figura 3-12 Representación esquemática de las superficies superhidrofílicas, hidrofílicas, hidrofóbicas y superhidrofóbicas [27]	34
Figura 3-13 Proceso para medir ángulo de contacto	34
Figura 3-14 Software informático Ossila Contact Angle.....	35
Figura 3-15 Ensayo de degradación de contaminantes	36
Figura 3-16 Perkin Elmer UV/VIS Lambda XLS [32]	36
Figura 3-17 Sistema de caracterización FITR. Cortesía LaserON (Uvigo)	37
Figura 4-1 Ensayo 13, con un voltaje aplicado de 5 kV.....	40
Figura 4-2 Ensayo que demuestra que, a mayor voltaje, mayor elongación	40

Figura 4-3 Ensayo 17, 1mL/h.....	42
Figura 4-4 Ensayos realizados con el 20 % en peso de PCL.....	42
Figura 4-5 Evolución de las fibras aumentando la concentración de PCL, de izquierda a derecha (5 % wt PCL, 10 % wt PCL y 15 % wt PCL)	43
Figura 4-6 Ensayo experimental realizado eficazmente.....	44
Figura 4-7 Comparación de las muestras con sólo PCL (izquierda) y dopadas con TiO ₂ (derecha)	45
Figura 4-8 Aparición de perlas en fibras dopadas de nanopartículas.....	46
Figura 4-9 Ensayos 18, 39, 40, de izquierda a derecha respectivamente	48
Figura 4-10 Diferentes concentraciones de TiO ₂ tratadas con azul de metileno	48
Figura 4-11 Evolución de la capacidad fotocatalítica	49
Figura 4-12 Ensayos 45, 49 y 19, de izquierda a derecha, respectivamente	52
Figura 4-13 Imágenes captadas por el sistema "Ossila"	54
Figura 4-14 Espectro FTIR muestras de PCL. Ensayo 10 (10 %wt PCL, sin dopaje), ensayo 40 (10 % wt PCL con 1% de nanopartículas de TiO ₂), ensayo 49 (10 % wt PCL con 2% de nanopartículas de SiO ₂).....	54
Figura 4-15 Espectro FTIR muestras de PCL con dopaje de TiO ₂ . Ensayo 36 (15 % wt PCL, sin dopaje), ensayo 40 (15 % wt PCL con 1% de nanopartículas de TiO ₂), ensayo 44 (10 % PCL con 2% de nanopartículas de TiO ₂).....	55
Figura 4-16 Espectro FTIR muestras de PCL con dopaje de SiO ₂ . Ensayo 45 (15 % wt PCL, sin dopaje), ensayo 49 (15 % wt PCL con 2% de nanopartículas de SiO ₂), ensayo 60 (10 % wt PCL con 1% de nanopartículas de SiO ₂).....	55

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Parámetros para la realización de los ensayos experimentales	25
Tabla 2 Ensayos experimentales sólo con acetona.....	39
Tabla 3 Ensayos experimentales con acetona y PCL	41
Tabla 4 Ensayos experimentales mezclando PCL con nanopartículas de TiO ₂	45
Tabla 5 Comparación de la formación de fibras entre las dopadas de nanopartículas de TiO ₂ y PCL	47
Tabla 6 Datos recogidos de las muestras de TiO ₂	49
Tabla 7 Incremento de la masa de las muestras de los ensayos fotocatalíticos.....	50
Tabla 8 Ensayos mezclados con PCL y nanopartículas de SiO ₂	50
Tabla 9 Comparación de la formación de fibras entre las dopadas de nanopartículas de SiO ₂ y PCL	51
Tabla 10 Ángulos de contacto de una gota de agua de 7 µL en la superficie de los tejidos	53
Tabla 11 Riesgos de las mezclas y medidas a seguir en caso de accidente.....	61

1 INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1.1 Descripción del apartado

En la continua búsqueda y mejora en el diseño y funcionalidades de los uniformes militares de las Fuerzas Armadas de España, este trabajo tiene como finalidad complementar las microfibras obtenidas, mediante la técnica de electrohilado, al tejido de los uniformes de campaña tanto de la Armada, como del Ejército de Tierra y el Ejército del Aire y del Espacio. La aplicación del electrofibrado es una innovación para la fabricación de fibras textiles aplicables a los uniformes, donde una solución polimérica se ve inducida por carga electrostática y da como resultado fibras de distintos tamaños.

La investigación sobre la generación de microfibras se ha centrado en la fabricación de fibras utilizando diferentes técnicas de procesamiento, entre las que se encuentran el electrofibrado, también denominado como electrohilado, electrohiladura o “electrospinning”. Dicha técnica tiene la facilidad y flexibilidad de producción de fibras para que se materialicen en un laboratorio. El electrohilado se basa en la influencia de las fuerzas electrostáticas sobre una gota de polímero líquido o solución polimérica. A medida que aumenta la fuerza eléctrica sobre el polímero, vence la fuerza de tensión superficial que la sujeta y estira la gota cayendo hacia un colector conductor.

A medida que el material cae a través del campo eléctrico, la diferencia de alto voltaje entre la punta de la aguja y el colector, responsable que hace que la gota sea arrastrada hacia una fibra en forma de chorro y está cargado eléctricamente, el diámetro de la fibra se reduce a medida que se alarga en el proceso de hilatura. El electrohilado requiere una fuente de alimentación de alto voltaje, una jeringa con una aguja de diámetro pequeño y un colector conductor.[1]

Esta técnica que está demostrando su eficiencia en los campos de nanotecnología, biotecnología y en diferentes aplicaciones electrónicas y energéticas, no sólo eleva la calidad y durabilidad del material, sino que además tiene como finalidad fabricar un tejido transpirable, impermeable e ignífugo, atendiendo a las necesidades de un entorno cambiante repleto de incertidumbre como se puede llegar a encontrar en zonas hostiles o potencialmente hostiles en las que operan algunos miembros de las Fuerzas Armadas (véase Figura 1-1).



Figura 1-1: Infantes del grupo Dédalo durante la operación de rescate en Turquía [2]

El electrofibrado tiene la capacidad de producir fibras extremadamente delgadas y uniformes a nivel microscópico, permitiendo la creación de capas textiles con propiedades excelentes, desde una mayor flexibilidad hasta una respuesta mejorada antes condiciones ambientales adversas.

En el presente trabajo se desglosarán las diferentes características específicas de estas fibras a nivel micrométrico, su proceso de fabricación, y cómo pueden contribuir al diseño integral de una uniformidad militar más tecnológicamente avanzada.

Se han llevado a cabo la puesta a punto y optimización de un sistema experimental de laboratorio para la fabricación de fibras de rango micrométrico. Además, se han realizado y caracterizado fisicoquímicamente, una serie sistemática de ensayos experimentales de cara a la producción de tejidos de propiedades aumentadas.

2 ESTADO DEL ARTE

2.1 Definición del electrofibrado

2.1.1 Industria textil, desarrollo

Hoy en día, la industria textil no se considera una industria en declive, sino que se ha convertido en un nuevo motor para el desarrollo económico, inspirándose especialmente en las nanofibras electrohiladas y los textiles inteligentes. Los países desarrollados han adoptado una nueva política de desarrollar una industria textil técnica. Por ejemplo, Alemania ha presentado el programa Industria 4.0, en un apartado muy importante en el que se encuentra el proyecto futureTEX, conocido como el futuro textil de Europa.

Uno de los focos importantes dentro de futureTEX se centra en el desarrollo de futuros proyectos con funcionalidades y aplicaciones novedosas. Se trata de la electrónica textil, compuestos de alto rendimiento y materiales textiles para la generación y almacenamiento de energía.

El 1 de abril de 2016, la Administración Obama anunció planes para crear un nuevo instituto de innovación manufacturera (New Revolutionary Fibers and Textiles Manufacturing Innovation Hub) para desarrollar fibras y textiles avanzados para el sector militar, de la confección y otras industrias. Se invitó a equipos de fabricantes, universidades y organizaciones sin ánimo de lucro a competir por una financiación de unos 150 millones de dólares americanos para una investigación avanzada destinada a apoyar la expansión de la industria manufacturera en Estados Unidos. [3]

Con todo ello, se espera que una amplia gama de industrias se beneficiará de estas fibras y textiles, incluidos los fabricantes de ropa, productos de consumo, automoción, dispositivos médicos y electrónica de consumo.

Para mostrar los recientes avances de este revitalizado campo se recogen contribuciones de expertos activos en el campo relacionado y destaca los siguientes temas en el área del electrohilado, fibras y textiles:

1. Melt Blowing (MB), es un proceso de un solo paso para fabricar tela no tejida con fibras muy finas. La uniformidad de la red fibrosa determina en gran medida la apariencia y las propiedades funcionales de los productos finalizados por este proceso. [4]

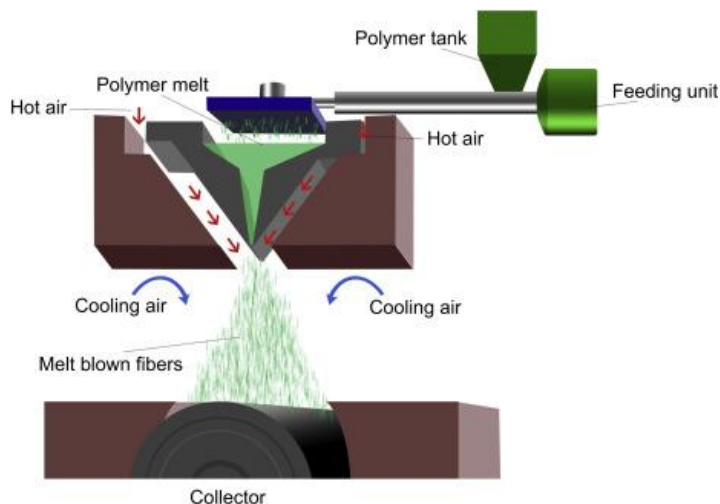


Figura 2-1 Esquema del proceso MB [4]

Aunque la uniformidad de las redes fibrosas ha sido estudiada ampliamente utilizando técnicas de análisis de imágenes basadas en algoritmos matemáticos, rara vez se informa sobre este análisis relacionado con la resolución de problemas de ingeniería tales como la influencia de las condiciones de procesamiento en la uniformidad de las redes fibrosas sopladas en fusión.

2. Las fibras de politetrafluoroetileno (PTFE) como materiales de ingeniería tienen excelentes propiedades físicas químicas, como es la estabilidad térmica, propiedades aislantes y dieléctricas, coeficiente de fricción extremadamente bajo y resistencia química. Por tanto, las fibras se pueden utilizar en tejidos textiles, como en la fabricación de la ropa termoaislante y de protección. [5]

3. La tela trenzada tubular se usa ampliamente en el desarrollo de estructuras de ingeniería tisular y es especialmente adecuada para tejidos conectivos como ligamentos y tendones. Es importante desarrollar andamios de trenzado con tamaño y distribución de poros controlables.

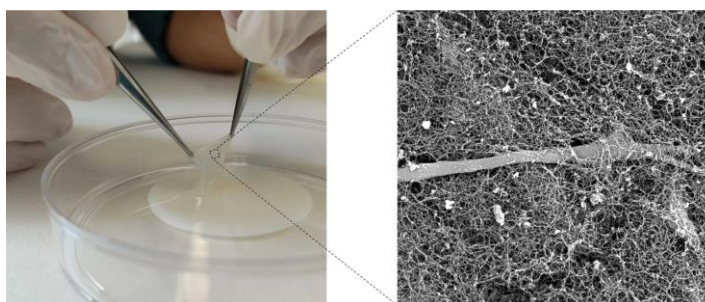


Figura 2-2 Fabricación de tejidos artificiales mediante ingeniería tisular [6]

4. Con el rápido desarrollo de la tecnología de recolección solar, presentan una gran demanda los recolectores portátiles, ya que presentan magníficas propiedades para captar energía, especialmente para aquellos dispositivos utilizados en fachadas y techos de edificios.

5. Las membranas nanofibrosas de óxido metálico fabricadas mediante electrohilado suelen ser frágiles, limitando significativamente sus aplicaciones prácticas, por ejemplo, al utilizar dispositivos electrónicos flexibles, dispositivos flexibles de almacenamiento de energía y dispositivos de filtración/purificación. [7]

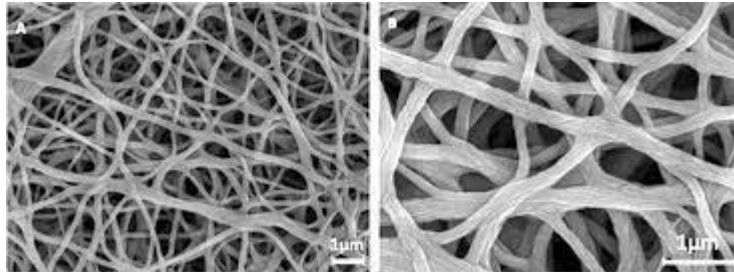


Figura 2-3 Síntesis y caracterización mecánica de nanofibras no tejida mediante el proceso de electrohilado [7]

6. Los tejidos textiles son inevitablemente contaminados cuando entran en contacto con agua, aceite, sudor y otras secreciones corporales cuando se portan o se les da un importante uso. Incrementándose la mejora de la calidad de vida en la actualidad se está aumentando la demanda de textiles ecológicos con función de autolimpieza.

2.1.2 Historia de la Ciencia y la tecnología del electrohilado

La historia de cualquier tecnología en particular es siempre difícil de separar de la evolución y progreso de la ciencia y la civilización. Se encuentra comúnmente considerado que la historia del electrohilado comienza con las contribuciones de Anton Formhals en la década de 1930. [8]



Figura 2-4 Científico Anton Formhals [8]

Sin embargo, el principal desarrollo industrial comienza treinta años antes con J.F Cooley, y la descripción del proceso diez años antes por C.V Boys. La ciencia detrás de la tecnología del electrohilado es anterior a las leyes de dinámica de Newton.

Anton Formhals contribuyó de manera significativa al desarrollo del electrohilado a través de su secuencia de veintidós patentes del proceso desarrollándolos en América, Francia, Reino Unido y

Alemania entre 1931 y 1944. Sus proyectos tenían como finalidad agrupar las fibras para convertirlas en hilos o grapas para profundizar el procesado, un desafío técnico tan complicado como el de fabricar las fibras en primer lugar.

Los primeros proyectos de Formhals describen el diseño de una máquina basado en un emisor de fibra giratoria con dientes de sierra. El emisor se asemeja a una hoja de sierra circular y se sumerge en un canal del líquido centrifugable. La concentración de carga en las puntas de los dientes mojados hace que las fibras evolucionen y salgan volando hacia objetivos de rodillos o discos giratorios. Anton sugería que, en caso necesario, la fibra hilada podría pasarse por un baño de coagulación.

Sus siguientes diseños se construyeron para producir longitudes de fibra más cortas y controladas. Esto se conseguía interrumpiendo el flujo de la corriente a los múltiples cabezales de hilatura de la máquina. En este caso, las hileras individuales se alimentaban de un colector manteniendo a presión constante por un depósito de cabecera. Este diseño se perfeccionó con la adición de un contraelectrodo de disco dentado giratorio que se engranaba con la cinta de rejilla para eliminar más eficazmente las fibras hiladas de la cinta.

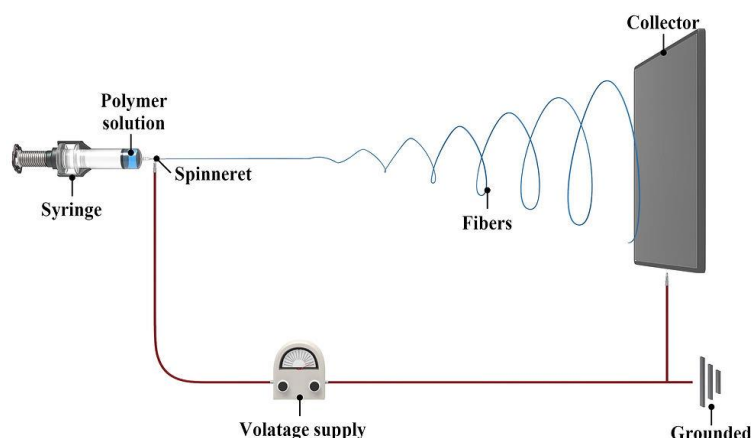


Figura 2-5 Imagen esquemática de electrohilado [9]

En 1981 Larrondo y St. John Manley construyeron un electrohilador de fusión similar en principio de funcionamiento a un dispositivo de índice de flujo de fusión. Se aplicaba un peso estático a un pistón que corría en un barril calentado para producir una gota de polímero fundido en la punta de la hilatura, y se extraía una fibra de la gota por fuerza electrostática.

El aparato se utilizó para examinar el régimen de flujo de la formación de fibras mediante la adición de partículas trazadoras a la masa fundida del polímero, descubriendo que existe un elemento rotacional, así como extensional, en el flujo del chorro, y que la velocidad de deformación extensional aumenta la intensidad del campo eléctrico aplicado.

Utilizando polietileno y nailon como materiales de ensayo, pudieron ajustar las observaciones de la deformación de las gotas de polímero fundido a un modelo de comportamiento basado en la consideración del comportamiento de una gota esférica colgante.

A principios de los años noventa, varios grupos de investigación demostraron que muchos polímeros orgánicos podían electrohilarse en nanofibras. Desde entonces, el número de publicaciones sobre electrohilado ha ido aumentando exponencialmente cada año. Se estima que a partir del año 2000 las publicaciones y patentes por año aumentaron gradualmente, hasta llegar a 3.000 artículos y más de 1.500 patentes publicadas únicamente en el año 2022.

El mercado de equipos de electrohilado de nanofibras está experimentando una demanda creciente debido a importantes avances en la ciencia de los materiales. A medida que avanza la ciencia de los materiales, se fomenta la creación de nuevos materiales y compuestos utilizando tecnología de nanofibras. Las nanofibras son de gran interés en muchas industrias, incluidas la atención médica, la filtración y la electrónica, donde estos materiales complejos demuestran un rendimiento superior.

Los equipos de electrohilado de nanofibras desempeñan un papel clave para satisfacer esta creciente demanda, permitiendo la producción precisa y rentable de nanofibras con propiedades específicas. El continuo descubrimiento de nuevas aplicaciones y la adaptabilidad de las nanofibras está impulsando el uso cada vez mayor de dispositivos de electrohilado. [10]

2.2 Parámetros y características

2.2.1 Fundamentos del proceso

Para la técnica de electrohilado es necesario disponer de un sistema que proporcione una diferencia de potencial muy elevada, un sistema de inyección de material precursor de gran precisión, así como un conjunto ánodo-cátodo donde se recogen las fibras fabricadas. La fuente de alimentación es esencial para superar la tensión superficial de la solución polimérica. El terminal positivo de la fuente de alimentación se conecta a la aguja y el negativo al colector metálico.

A medida que aumenta la intensidad del campo eléctrico entre aguja y el colector, la superficie semiesférica del fluido en la punta de la aguja se alarga hasta formar una forma cónica conocida como cono de Taylor.

Cuando la intensidad del campo eléctrico sigue aumentando hasta alcanzar un valor umbral, la fuerza electrostática repulsiva vence a la tensión superficial y el chorro cargado del fluido es expulsado por la punta del cono de Taylor. El cono de Taylor (véase Figura 2-6) es aquel que se forma cuando la repulsión electrostática impuesta sobre la superficie de la gota esférica de polímero supera la tensión superficial del líquido, y en consecuencia, la gota se deforma en forma de cono.

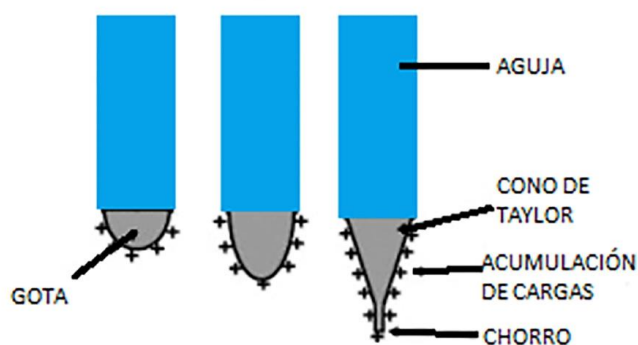


Figura 2-6 Descripción gráfica del cono de Taylor [11]

El chorro de polímero expulsado sufre un proceso de inestabilidad y elongación, que permite que el polímero presente en el flujo del material aportado se haga muy largo y reduciéndose así el diámetro de la fibra de polímero.

Los parámetros del proceso de electrohilado son relativamente fáciles de configurar y mediante la optimización de estos para cada tipo de material y proceso se consigue la estabilización las

microfibras. De forma genérica se pueden considerar tres tipos principales variables. De esta manera, existen tres principales variables que influyen en mayor o menor medida en la producción de fibras mediante la técnica de *electrospinning*:

1. Propiedades de la solución
2. Condiciones de procesamiento
3. Parámetros de procesamiento

En lo que se refiere a las propiedades de la solución, son sus propiedades químicas, como la viscosidad y solubilidad. Las condiciones del procesamiento son factores ambientales que afectan a la morfología de la fibra. Los parámetros de procesamiento incluyen el caudal de alimentación, el diámetro interior de la aguja, la distancia entre la punta de la aguja y el colector, el tipo de colector metálico y la intensidad del voltaje. Las mismas técnicas se han utilizado en diferentes aplicaciones en diversos campos como la biomedicina, la biotecnología, en aplicaciones de almacenamiento de energía y con fines medioambientales.

Además de producir nanofibras de polímeros puros, el electrospinning también puede utilizarse en la síntesis de óxidos metálicos, nanofibras o estructuras nanofibrosas de proteínas.[12]

2.2.2 Propiedades del material precursor

Los parámetros efectivos en el electrofibrado incluyen propiedades de la solución como la viscosidad, tensión superficial y la presión de vapor. Se pueden controlar el diámetro de las fibras y su morfología variando las propiedades de la solución.

La viscosidad de la solución es un parámetro importante que puede utilizarse para modificar la característica dimensional de las nanofibras generadas. Cada solución polimérica tiene un rango de viscosidad óptima para obtener fibras que presentan una calidad eficiente. Lo que se espera de un ensayo realizado en el laboratorio es que no se formen cordones en fibras poliméricas largas, ya que reduce la resistencia mecánica de la fibra y reduce la superficie total disponible.

A medida que aumenta la viscosidad, las moléculas de disolvente se distribuyen por las moléculas de polímero enredadas, lo que da lugar a fibras de polímero largas y lisas sin cordones. La viscosidad de la solución polimérica se varía cambiando la concentración del polímero en el disolvente. Si se aumenta la concentración del polímero, aumenta la viscosidad y se concentra la deposición de fibras en una zona más pequeña.

No obstante, hay un límite de viscosidad, en el que si es muy elevada puede ocurrir que el material no se pueda inyectar en la zona de procesamiento o que se haga de forma discontinua.

En cuanto a la tensión superficial, se le atribuye como un factor que contribuye a la formación de perlas en las fibras.

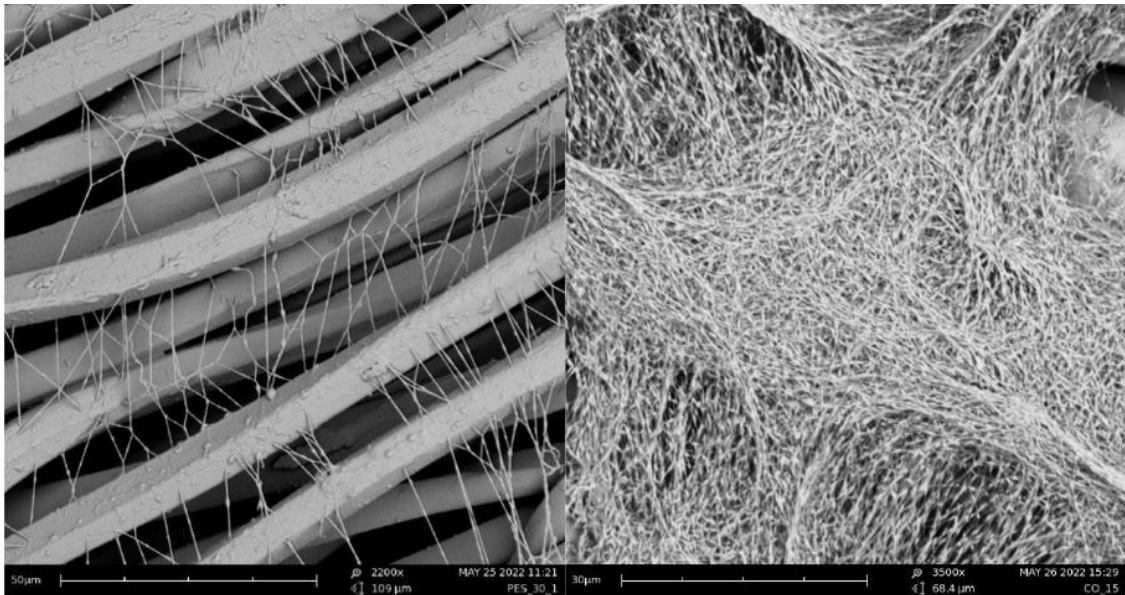


Figura 2-7 Microfibras con perlas en su morfología. [13]

En el electrohilado, la carga de la solución polimérica en la aguja debe ser lo suficientemente alta como para poder superar la tensión superficial de la solución en la hilera. Si la tensión superficial es elevada, las moléculas del disolvente tenderán a agruparse. La tensión superficial de la solución puede reducirse añadiendo tensioactivos, que mejoran la morfología de la fibra. [14]

La capacidad para producir fibras sin microesferas depende de la conductividad de la disolución. Si la disolución polimérica no tiene conductividad, las fibras no podrán formarse.

Por ello, si se aumenta la conductividad de la solución, se podrá formar una fibra más lisa, pudiendo transportar más carga el polímero que sale extruído de la aguja. Si las soluciones poliméricas no son conductoras, puede aumentarse la conductividad mediante la adición de iones, para producir fibras de polímero lisas.

La constante dieléctrica de una solución polimérica se puede modificar para generar fibras de pequeño diámetro. Una solución con una mayor propiedad dieléctrica reduce la formación de perlas y el diámetro de la fibra electrohilada resultante. La capacidad de hilado de una solución puede mejorarse mediante la adición de disolventes con constantes dieléctricas más elevadas.

La constante dieléctrica es considerada la permitividad relativa del material. Dado que la constante dieléctrica es la relación de dos cantidades similares, es dimensional. Es una propiedad macroscópica de un medio dieléctrico relacionado con la permitividad eléctrica del medio. [15]

2.2.3 Condiciones de procesamiento

Como condiciones de procesamiento, o condiciones de entorno se pueden nombrar principalmente la temperatura a la cual se producen las fibras, así como especialmente la humedad relativa del ambiente. Este último factor provoca que para valores de humedad relativa elevados se tenga una mayor aglomeración en las fibras depositas, y en general, una mayor dificultad en su fabricación. En general esto es debido a que, para los diámetros de fibra producidos, del rango de decenas de micrómetros a valores por debajo del micrómetro, las fuerzas intermoleculares debidas a enlaces de hidrógeno pueden ejercer una influencia notable entre las fibras. [16] [17]

2.2.3.1 Voltaje aplicado

El nivel de tensión en el electrohilado proporciona los niveles adecuados de carga a la solución de polímero en la aguja de la jeringa, lo que le permite superar la tensión superficial. Dicho nivel de tensión determina la velocidad del chorro de polímero extruído y el campo eléctrico entre la aguja y el colector.

Se conoce como voltaje crucial como el mínimo necesario para equilibrar la fuerza electrostática con la fuerza de tensión superficial. En este punto, la forma cónica de la gota es lo que se le conoce como cono de Taylor. La tensión crucial es de aproximadamente 6kV para la mayoría de las soluciones poliméricas.

Si la tensión aplicada es superior a la tensión crucial requerida por la solución, la mayor cantidad de carga hace que el chorro se acelere más rápidamente y se extraiga un mayor volumen de solución de la punta de la aguja. El resultado es la formación de un cono de Taylor más pequeño y menos estable, además de la generación de microsferas en las fibras.

La estabilidad del cono de Taylor depende de la velocidad de avance como de la tensión aplicada. Los voltajes más altos proporcionan mayores fuerzas de repulsión de Coulomb que son útiles para obtener fibras largas con diámetros más pequeños. A voltajes más bajos, la menor aceleración del chorro y el débil campo eléctrico aumentan el diámetro de las fibras.

El tiempo de alargamiento del chorro del electrohilado también determina las dimensiones de las fibras. Si el tiempo de extrusión del material es mayor, como ocurre cuando el voltaje es menor, la fibra se estira y se alarga más antes de depositarse en la placa recogida, lo que favorece la formación de hebras más finas.

Por ello, en algunos casos se puede utilizar una tensión próxima a la tensión crítica de la electrohiladura para obtener fibras más finas. A tensiones elevadas, cuando la velocidad a la que se extrae la solución de la punta de la aguja supera la velocidad de entrega de la solución a la aguja para mantener el cono de Taylor, se induce un chorro inestable y aumenta la incidencia de formación de microsferas o de defectos en las fibras lisas.

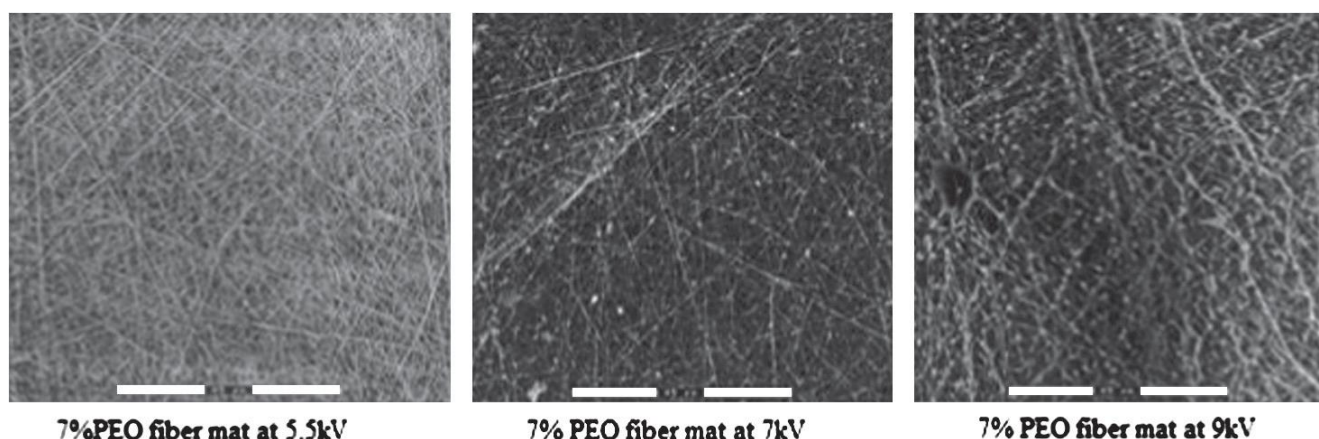


Figura 2-8 Variación de la morfología de la fibra según el voltaje aplicado entre la aguja y el colector [12]

2.2.3.2 Caudal de alimentación

Para una tensión determinada, la velocidad de avance se utiliza para estabilizar el cono de Taylor. Si se aumenta la velocidad de avance, se produce el correspondiente aumento del diámetro de la fibra y del tamaño de los gránulos.

Si la velocidad de avance es alta, debido al mayor volumen de solución extraído de la punta de la aguja, el chorro tarda más tiempo en secarse. Como resultado, los disolventes en las fibras depositadas pueden no tener tiempo suficiente para evaporarse dado el mismo tiempo de vuelo. El disolvente residual hace que las fibras se fusionen cuando entran en contacto formando bandas. Por lo tanto, en general, una velocidad de alimentación más baja es más deseable, ya que el disolvente tendrá más tiempo para evaporarse.

2.2.3.3 Diámetro interno de la aguja

El diámetro interior de la aguja de la jeringa también influye en las características físicas de las fibras electrohiladas. Si el diámetro interior de la aguja es pequeño, la formación de microesferas en las fibras se reduce de forma considerable. Dicha reducción también puede deberse a la menor exposición del polímero a la atmósfera durante el proceso. Cuanto más pequeño sea el diámetro de la aguja, menor será el grosor presentado por las fibras.

Por otro lado, aumenta la tensión superficial de la gota y es requerida una mayor fuerza de Coulomb para provocar el inicio del chorro, obteniéndose un mayor tiempo para que la solución se estire y alargue antes de ser recogida, puesto que la aceleración del chorro disminuye. No obstante, no se debe escoger un diámetro excesivamente pequeño, ya que imposibilitaría extruir la gota de solución polimérica a través de la punta del orificio.

2.2.3.4 Distancia entre la punta de la aguja y el colector

Las dimensiones de la fibra también se controlan variando la distancia entre la punta de la aguja y el colector. Cuando la distancia entre la punta y el colector es pequeña, el chorro llega a recorrer una distancia más corta antes de llegar al colector, aumentando así la aceleración del chorro hacia el colector.

El exceso de disolvente puede hacer que las fibras se fusionen entre sí para formar uniones que pueden proporcionar una resistencia adicional en el extremo de la aguja. Si la distancia entre la punta y el colector es grande, se produce una disminución del diámetro medio de las fibras. Esto se debe al mayor tiempo que debe estirarse la solución antes de depositarse en el colector. Si la distancia es demasiado grande, las fibras no se depositarán en el colector.

2.2.3.5 Propiedades del colector

En la mayoría de los experimentos de electrohilado, el colector se fabrica con materiales conductores, como por ejemplo el acero, el aluminio o el cobre, conectándose eléctricamente a tierra para que haya una diferencia de potencial estable entre el ánodo y el cátodo del sistema de procesamiento.

En un colector conductor, las cargas de las fibras se disipan, lo que permite atraer más fibras al colector. Como resultado, las fibras pueden agruparse estrechamente. Si se utilizan materiales no conductores para el colector, las cargas del chorro del electrohilado se acumulan rápidamente en este, recogiendo así menos fibras. Por todo ello, los materiales no conductores suelen tener una menor densidad de empaquetamiento en comparación con aquellos que sí lo son.

La porosidad del colector afecta a la calidad de las fibras depositadas. Los colectores porosos, como puede ser una malla metálica, tienen una densidad de empaquetamiento menor que las superficies lisas. En un blanco poroso, hay una mayor tasa de evaporación de las fibras debido a una mayor área de superficie, pero las superficies lisas pueden causar una acumulación de disolventes

alrededor de las fibras debido a una tasa de evaporación más lenta. La naturaleza estática o dinámica de los colectores también influye en el proceso de electrohilado.

Los colectores dinámicos se utilizan para obtener fibras alineadas, ya que le ofrece un mayor tiempo al disolvente para evaporarse y también aumenta la velocidad de evaporación de los disolventes dentro de las fibras.

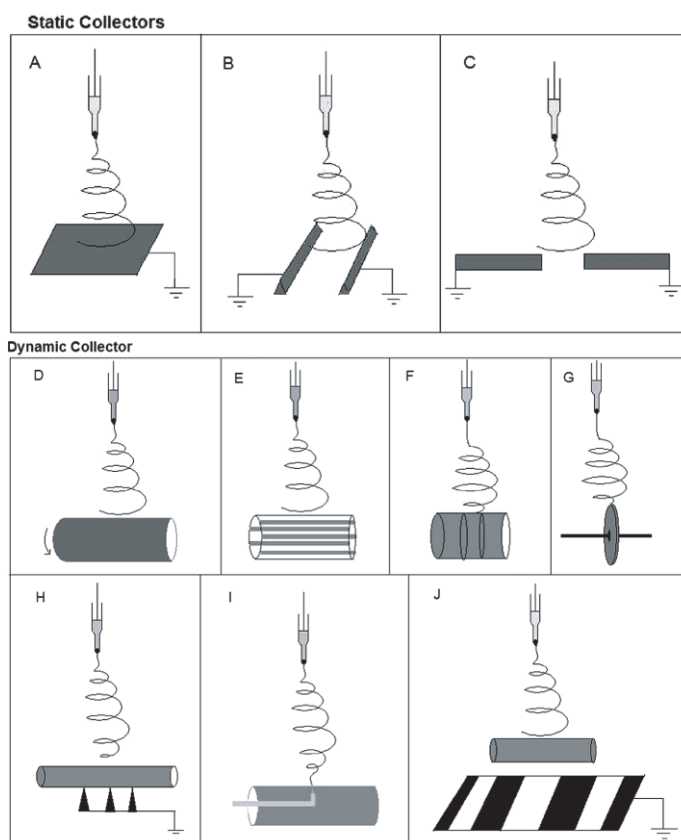


Figura 2-9 Tipos de colectores para el electrohilado [18]

2.3 Aplicaciones

El electrohilado se ha convertido en una herramienta innovadora con muchas aplicaciones en diversos campos. Desde la ingeniería electrónica hasta la fabricación de tejidos y la producción de materiales funcionales, el electrohilado ha demostrado ser una solución eficaz para crear estructuras a rango micro y sub-micrométrico con propiedades únicas y deseables. A continuación, se expondrán algunas de las aplicaciones más habituales del electrohilado, así como su utilización en campos de conocimiento tan diversos como la electrónica, la medicina, los textiles, medioambientales y energéticos.

2.3.1 Dispositivos electrónicos

Recientemente se ha descubierto que se puede fabricar un dispositivo eléctricamente biestable basado en el sistema donante-aceptante entre nanopartículas y medios activos. Basándose en este principio, se preparan fibras compuestas de nanopartículas de plata/tetracianoquinodimetano mediante electrohilado. [12]

Estas fibras muestran un interesante comportamiento eléctrico biestable. Si el potencial es inferior a 29V positivos, la corriente es muy baja, lo que indica que las nanofibras tienen una alta impedancia. Del mismo modo, cuando el potencial es superior a estos 29V, la corriente es muy alta también, por lo que el dispositivo pasa de un estado OFF de baja conductividad a un estado ON de alta conductividad.

Las nanopartículas metálicas como la plata, el oro, el paladio y más elementos metálicos se sintetizan también por electrohilado con materiales compuestos poliméricos, siendo de gran utilidad en microelectrónica. Los polímeros de nanofibras de TiO₂ modificados en superficie se utilizan en aplicaciones electroópticas.

2.3.2 Aplicaciones medioambientales

Es un hecho contrastado el aumento durante las últimas décadas de la contaminación de áreas acuosas debido a la presencia de contaminantes de diversa índole, constituyendo un peligro de salud tanto para la flora y fauna como para el ser humano [19].

Este hecho ha llevado a la realización de diversos estudios de cara a la eliminación segura y eficaz de dichos contaminantes [20] [21]. Entre las distintas técnicas posibles para tal fin destaca la fotocatalisis, en la cual mediante reacciones químicas (tanto de oxidación como de reducción), se convierte la energía solar en energía química en la superficie de un catalizador (material semiconductor).

La activación de la superficie del fotocatalizador induce la formación de un par portador electrón-hueco, para lo cual se debe aportar la energía suficiente que permita promover el electrón de la banda de valencia a la de conducción, y que tiene un alto poder oxidante al provocar la formación de radicales libres. Cuando el fotocatalizador ha absorbido la radiación (en el rango UV-VIS) se forman radicales libres que al colisionar con los óxidos de los contaminantes presentes en el medio los degradan. El óxido de titanio es uno de los compuestos fotocatalíticos más empleados.

Los óxidos metálicos nanoestructurados ofrecen una alta sensibilidad y una rápida respuesta a los productos químicos y gases nocivos. En este caso, el electrohilado puede ser útil para producir las nanofibras de una manera eficaz y eficiente.

En otras aplicaciones de estas nanofibras como materiales sensores, se han sintetizado para que sean utilizadas en el ámbito de seguridad nacional, para la protección del medioambiente y en el campo médico. Se han sintetizado esterillas de nanofibras de TiO₂ mediante electrohilado utilizando PVAc como intermediario polimérico. Las nanofibras de TiO₂ presentan una sensibilidad excepcional al NO₂, con un límite de detección estimado muy por debajo de 1 partícula por billón. Las propiedades de sensibilidad de las nanofibras de TiO₂ dependen de las dimensiones de las fibras. [22]

Las nanofibras electrohiladas son buenas candidatas como membranas en sistemas de biotecnología e ingeniería medioambiental debido a sus novedosas propiedades como la alta porosidad, la interconectividad y su gran superficie. Estas nanofibras pueden utilizarse en sistemas de filtración de agua y aire porque los diámetros de las fibras electrohiladas son comparables al recorrido libre medio de las moléculas de aire. La alta eficiencia de filtración de las fibras electrohiladas es el resultado de su tamaño submicrométrico.

La calidad de la filtración depende de la finura de la fibra, la estructura de la matriz, el grosor y el tamaño de los poros. Las partículas de tamaño superior al tamaño de los poros de la fibra quedarán bloqueadas en la superficie de la membrana debido al efecto tamiz. Si las partículas son más pequeñas que el tamaño de los poros, penetrarán en la membrana y aún podrán ser recogidas por las membranas, a través de la adsorción, el mecanismo de atracción electrostática y las propiedades superficiales de las fibras.

Dentro del campo de aplicaciones relacionadas con la protección del medioambiente destaca la utilización de sensores especiales para la monitorización y control de los procesos industriales, que permitan la detección y control de las emisiones de los productos químicos del proceso llevado a cabo.

Debido a que los sensores utilizados deben de tener la capacidad de detección adecuada y tiempos de respuesta rápidos, hace que los fabricados con las fibras electrohiladas sean una de las opciones más deseables gracias a que tienen una mayor sensibilidad a cualquier partícula detectora debido a su gran relación superficie/volumen. Los materiales detectores pueden introducirse en las nanofibras electrohiladas mediante dopaje o modificaciones superficiales.

Para ello se utilizan membranas de fibra electrohilada como sustratos para la deposición en solución de finas capas continuas de dióxido de titanio y dióxido de estaño. Los sensores fabricados por este método presentaban tanto la elevada relación superficie/volumen de las membranas electrohiladas y una exposición óptima del elemento sensor fluorescente de los amortiguadores.

Las fibras de nanocompuestos electrohilados de sílice dopadas con porfirina son bastantes eficaces como materiales sensores para la detección de trazas del principal ingrediente de los explosivos. La sensibilidad, en estos casos, del diámetro de las nanofibras. Estas fibras se utilizan en el desarrollo de sensores eficientes para la detección de sustancias volátiles.

2.3.3 Aplicaciones energéticas

Algunos polímeros como el poliácridonitrilo, el vinilidene fluoruro-cohexafluoropropileno (PVDF), el cloruro de vinilo (PVC) y el polimetacrilato de metilo se utilizan como electrolitos sólidos poliméricos para aplicaciones de baterías. Estos polímeros se seleccionan por sus propiedades de baja densidad, fácil fabricación y baja corrosión química. Un electrodo de baja densidad tendrá una corriente de descarga y una capacidad de almacenamiento elevadas, y se puede utilizar un separador poroso entre los electrodos para evitar el cortocircuito interno.

Los electrolitos sólidos de nanofibras, fabricados por electrospinning, pueden utilizarse en el desarrollo de baterías de iones de litio. Las microfibras electrohiladas de PVDF se han llegado a utilizar como polímero en electrolitos sólidos en aplicaciones de baterías de iones de litio debido a sus propiedades mecánicas y químicas y a su elevada porosidad. Normalmente, las fibras de polímero electrohiladas se preparan con la sal de litio.

Las microfibras de PVDF tratadas térmicamente muestran una mayor resistencia mecánica en propiedades como el módulo, la resistencia a la tracción y el alargamiento a la rotura que las de las esteras de fibras no tratadas. Las membranas de estas nanofibras presentan una menor resistencia interna en la célula. [23]

2.3.4 Aplicaciones biomédicas

Una de las principales áreas de investigación en aplicaciones biomédicas es la administración de fármacos, en la que las fibras electrohiladas, con una gran relación superficie/volumen, ayudan a encapsular el agente terapéutico en las fibras. Además, las fibras electrohiladas mantienen la integridad y la bioactividad de las moléculas gracias a los suaves parámetros de procesamiento.

La inoculación localizada de medicamentos en el tratamiento de heridas utilizando fibras electrohiladas como vehículos de administración puede reducir significativamente la absorción sistemática del fármaco y prevenir o reducir cualquier efecto secundario de los medicamentos.

La liberación del fármaco dependerá de la degradación de las fibras poliméricas y, por tanto, podrá controlarse adecuadamente. Las fibras electrohiladas con núcleo se han utilizado normalmente en

aplicaciones de administración de fármacos. Esto se debe a la capacidad de la fibra para encapsular las moléculas del fármaco hasta que se necesitan.

Estas fibras protegen el fármaco y también evitan que otras moléculas, como enzimas y factores de crecimiento, se desnaturalicen durante el procesamiento. De este modo, los agentes terapéuticos permanecen inalterados y encapsulados hasta que se necesitan en el lugar de acción.

Muchos compuestos de uso terapéutico pueden encapsularse dentro de las nanofibras, también para la administración de fármacos. En este proceso surgen complejidades debidas a los parámetros de procesamiento, que son algo más complicados que en el caso de los métodos de encapsulación simples. El medicamento puede encapsularse mediante dos métodos diferentes. El método más sencillo es el de mezcla, en el que las moléculas del fármaco se mezclan con el polímero y se electrohilan juntos para formar las fibras encapsuladas. [23]

El electrohilado es un método muy eficaz para fabricar andamios tisulares y producir una malla no tejida de fibras de tamaño micrométrico a submicrométrico. Muchos investigadores han generado diversos tipos de andamios para la regeneración de tejidos y órganos humanos, como hueso, dentina, colágeno, hígado, cartílago y piel.

Para fabricar estos andamios se han utilizado nanofibras electrohiladas de polímeros naturales y sintéticos. Dichas fibras se utilizan para reparar, sustituir y mejorar las propiedades de los tejidos. Las nanofibras electrohiladas que se utilizan en los andamios deben estar bien diseñadas y tener unas dimensiones uniformes.

Además, otros requisitos como la alta porosidad, la gran superficie, la biodegradabilidad, la capacidad de mantener la integridad estructural con el tejido, las buenas propiedades mecánicas, la no toxicidad para las células y la biocompatibilidad también son importantes en la ingeniería de tejidos cuando se emplea el electrohilado. [12]

2.3.5 Aplicaciones textiles

Una de las principales capas constituyentes de la ropa de protección contra incendios es una barrera que impide la humedad retardante de llama, impermeable y transpirable, que permite la transferencia afuera del sudor del cuerpo del portador de la capa, al tiempo que impide la entrada de agua hacia adentro.

La introducción de una funcionalidad resistente a productos químicos puede mejorar en gran medida la aplicabilidad general de la ropa de protección contra incendios.

La ropa que utiliza el personal que tiene que hacer frente a las cargas térmicas a las que pueden llegar a enfrentarse durante distintas operaciones, cómo puede ser la extinción de un incendio.

De esta manera, estudiando la actual generación de vestimenta de bomberos, para aplicarlo a la uniformidad militar, se debe ajustar a las normas internacionales [24].

La capa exterior de este conjunto está fabricada con fibras inherentemente resistentes al fuego, que proporcionan resistencia a las llamas y al calor y también protección contra cortes, desgarros y abrasiones mecánicas.

Le sigue un tejido ignífugo, impermeable y transpirable con barrera contra la humedad y, por último, se coloca una capa de barrera térmica, que actúa como capa aislante del calor obstruyendo el paso del calor remanente al usuario.

La capa de barrera térmica es un “no tejido” (red de fibras unidas por procedimiento mecánico, donde se excluye el papel, y están adheridas entre sí, utilizando diferentes métodos) que contiene aire atrapado, que actúa como aislante térmico.

La capa de barrera contra la humedad es un componente importante de un traje de protección estructural contra incendios, cuya función es aumentar el nivel de seguridad y comodidad del personal que lo utiliza.

Tiene una función doble, impedir la penetración del agua en la capa térmica subyacente. El desplazamiento del aire por el agua en la capa de barrera térmica disminuye su aislamiento térmico y provoca quemaduras (véase Figura 2-10).

Además, debe permitir la salida de la transpiración en forma de vapores al ambiente exterior. Las barreras transpirables contra la humedad se construyen generalmente laminando o recubriendo una membrana permeable al vapor de agua con un sustrato de “no tejido”.

Las membranas más comunes son las microporosas de politetrafluoroetileno expandido o las membranas poliméricas hidrófilas no porosas a base de poliuretanos, poliéster o poliamidas.

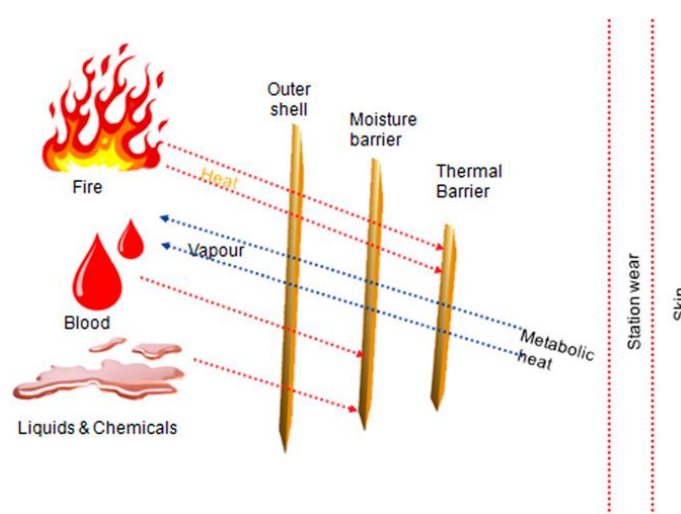


Figura 2-10 Representación esquemática del conjunto multicapa del traje estructural de extinción de incendios [24]

Mediante la combinación de todas las capas, la ropa de protección contra incendios protege al usuario del calor, las llamas, los cortes, el agua, el vapor y los productos químicos comunes y, al mismo tiempo debe mostrar transpirabilidad.

Últimamente, se está prestando mucha atención a la incorporación de la protección química y biológica en la ropa de protección contra incendios. El requisito de dicha protección surge del hecho de tener que responder a incendios provocados por artefactos explosivos improvisados diseñados para distribuir armas químicas o biológicas de destrucción masiva.

Además, bomberos y militares participan con frecuencia en operaciones de búsqueda y rescate en las que existe la posibilidad de exposición a personas heridas que pueden transmitir enfermedades a través de líquidos biológicos portadores de microorganismos, lo que supone riesgos importantes para la salud de los trabajadores. [2]

También existe la posibilidad de permeación de otros tóxicos como los hidrocarburos poliaromáticos, así como gases ácidos hacia la piel del usuario, que generan durante el proceso de combustión.

Entre todas las capas constituyentes, la capa de barrera contra la humedad es la más adecuada para protección química y biológica, ya que es impermeable al agua y a los líquidos comunes. Se ha informado de que los tejidos transpirables de barrera contra la humedad disponibles en el mercado,

como GORE-TEX, TETRATEX, PROLINE y VAPRO, entre muchas otras que también utilizan las Fuerzas Armadas, sólo ofrecen protección frente a sustancias químicas comunes como el 40% de hidróxido de sodio, el 36% de ácido clorhídrico, el 30% de ácido sulfúrico y el O-Xileno a 20°C, y no frente a sustancias químicas industriales tóxicas y agentes de guerra química. [24]

La técnica más utilizada para conferir protección contra los agentes químicos y biológicos es la inclusión de una capa impermeable elastomérica; sin embargo, este enfoque es inaceptable en el contexto de la ropa de protección estructural contra incendios debido a la falta de transpirabilidad. Métodos alternativos incluyen el uso de sorbentes altamente porosos, que pueden atrapar agentes nocivos dentro de sus poros.

2.4 Nuevas aplicaciones y prospectiva

Las nanofibras electrohiladas diseñadas pueden adoptarse para una amplia gama de aplicaciones, desde la energía y el medio ambiente hasta la medicina y la salud, pasando por la alimentación y la agricultura. Dadas las apremiantes exigencias de la economía circular o la visión de residuo cero, el diseño de nuevos materiales es primordial.

El electrohilado, que es una técnica fundamental en el ámbito de la nanotecnología, tiene que ser capaz de dar esos materiales que pueden utilizarse en una amplia gama de aplicaciones y ser de alto rendimiento, reciclables o reutilizables si es posible. La mayoría de estas aplicaciones mencionadas requieren fibras más finas, pero con propiedades funcionales.

Las fibras puramente orgánicas o poliméricas no podrían encajar en una categoría tan difícil. Sin embargo, un mejor diseño del material mediante técnicas de optimización puede garantizar al menos la mayoría de estas propiedades en nanofibras individuales, nanofibras multi-metálicas poliméricas.

Los materiales electrohilados también son necesarios en el nuevo mundo emergente por sus numerosas propiedades, como la garantía de ligereza, flexibilidad, autocuración y alta superficie en una producción a escala.

En la actualidad, existe un cambio dinámico hacia el postratamiento de las nanofibras para nuevas aplicaciones, pero se encuentra en una fase incipiente y necesita enfoques sistemáticos.

Un ejemplo es la carbonización de fibras para formar nanofibras de carbono altamente conductoras. Éstas se han utilizado intensivamente en aplicaciones energéticas y electrónicas debido a su naturaleza conductora. Otra estrategia es la síntesis por choque carbo-térmico, en la que las nanofibras electrohiladas se utilizan como plataforma para formar materiales multi-metálicos con propiedades únicas e interesantes para la catálisis, los sensores, la energía y mucho más.

Con los materiales adecuados, unos parámetros de hilado optimizados y un medio de hilado cuidadosamente seleccionado, es posible obtener todas estas propiedades en nuevos materiales electrohilados con nuevas aplicaciones.

A pesar de la productiva producción investigadora y del interés general por la fabricación de electrofibrado y sus materiales resultantes, se plantea que la próxima subida de demanda de este sistema dependerá sobre todo de tres factores: una mejor comprensión de la formación de nanofibras y de las nanofibras formadas, la obtención de una nueva clase de nanofibras (metálicas e híbridas) y la ingeniería de la técnica de electrohilado para obtener materiales novedosos para una amplia gama de aplicaciones.

Con todo ello, la técnica convencional de electrohilado presenta ciertas limitaciones, pues, cuando se desea integrar componentes tales como proteínas, enzimas, o biomoléculas, entre otros, debido al peso molecular que presentan dichos agentes, resulta imposible obtener fibras mediante esta técnica.

Además, los equipos comerciales para el electrohilado son costosos y difíciles de obtener y mantener, limitando su accesibilidad para pequeños laboratorios con presupuestos limitados, como es el caso de este proyecto. También resulta en algunos casos prohibitivo la adquisición de los materiales específicos y equipos complementarios asociados.

Aun siendo el electrohilado una técnica versátil y eficaz dentro de un laboratorio, su escalabilidad a la producción a gran escala presenta todavía desafíos, ya que la capacidad de escalar la producción de microfibras de manera rentable para aplicaciones comerciales resulta limitada por la eficiencia de los equipos utilizados y complejidad en los procesos.

La reproducibilidad de los resultados obtenidos en esta técnica representa una vicisitud debido a la sensibilidad a variaciones en los parámetros del proceso, como la viscosidad de la solución polimérica, las condiciones ambientales y la velocidad de hilado.

La calidad y uniformidad de las microfibras producidas por los distintos sistemas comerciales pueden variar debido a factores como puede ser la variabilidad en la calidad de los materiales reactivos, la estabilidad de los equipos y la precisión de estos en el control de los parámetros en el proceso, afectando la fiabilidad de las aplicaciones de las microfibras en diferentes ámbitos.

3 MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 Sistema experimental

En este apartado se describirán los distintos componentes que conforman el sistema de electrohilado utilizado en el presente TFG. Además, se explicarán los parámetros de procesamiento del sistema.

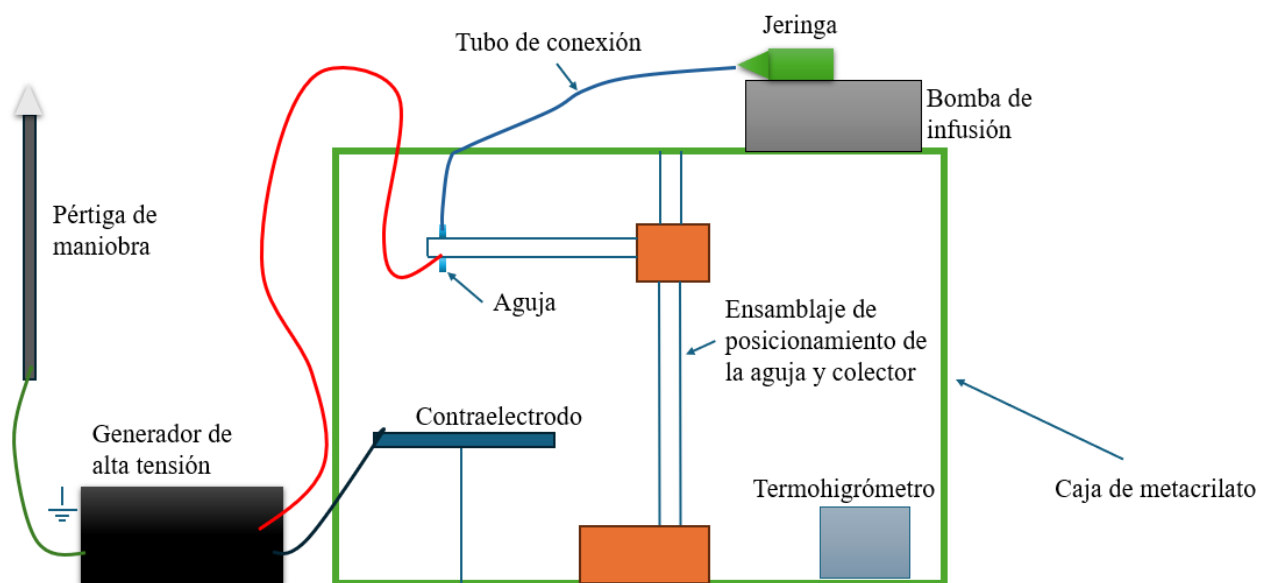


Figura 3-1 Diagrama de bloques del sistema experimental de electrohilado

3.1.1 Descripción general del sistema experimental

El sistema experimental de electrohilado que se ha empleado para la realización de este proyecto y cuyo diagrama se puede ver en la Figura 3-1 consta de los siguientes componentes principales:

- Bomba de infusión
- Jeringa y tubo de conexión, ya que la jeringa no se encuentra conectada directamente con la aguja
- Generador de alta tensión

- Colector
- Contraelectrodo
- Pértiga de maniobra
- Termohigrómetro
- Caja protectora de metacrilato

El rango de tensiones que se suele emplear en el electrohilado alcanza los 30 kV, no obstante, no se pasarán de los 25 kV para este proyecto por motivos de seguridad. La variación más reseñable es el trabajo del caudal de la bomba, variando de 1 ml de volumen bombeado cada hora, hasta los 10 ml de volumen de material polimérico disuelto.

La distancia entre la punta de la aguja y el contraelectrodo en algunas máquinas suele ser de 5 a 30 cm, pudiendo variar dicho rango en función de las distintas máquinas empleadas. Los rangos de trabajo de los distintos parámetros de procesamiento están recogidos en la Tabla 1

Para la realización de la máquina de electrohilado se deben de atender a unas normas de seguridad que garanticen que no ocurre ningún incidente durante la realización del ensayo, tampoco después del proceso. Se deben evitar la aparición de arcos eléctricos en el interior de la caja protectora aislante, la aparición de cargas electrostáticas y la posibilidad de que el operador que se encuentra realizando el ensayo entre en contacto con la aguja conectada al generador de alta tensión durante el proceso.

Se debe asegurar la correcta descarga de la carga electrostática remanente que pudiera quedar en el sistema tras su uso, así como una eficaz ventilación del área de trabajo, ya que algunos disolventes que se evaporan durante el proceso pueden ser químicos nocivos para la salud, como es el caso de la acetona, principal disolvente que se utilizará en el desarrollo experimental.

Para cumplir con las normas de seguridad de manera correcta, se empleará como sistema protector de la cámara de procesamiento, una caja de metacrilato aislante de dimensiones 52 cm x 51 cm x 47 cm, permitiendo además la fácil disponibilidad de los elementos que se encuentran en su interior, así como la maniobrabilidad del operario.

Parámetros	Rango de aplicación
Voltaje	10 kV -25 kV
Caudal	1 mL/h -10 mL/h
Distancia aguja-colector	100 mm - 300 mm
Volumen bombeado	300 μ L - 600 μ L
Dimesiones caja metacrilato	52 cm x 51 cm x 47 cm

Tabla 1 Parámetros para la realización de los ensayos experimentales

3.2 Materiales precursores

3.2.1 Bomba de infusión

La bomba de infusión es un elemento fundamental en la máquina de electrohilado, ya que será la encargada de suministrar la solución polimérica a una velocidad determinada siguiendo los parámetros establecidos.

El diámetro de la fibra obtenida variará en función de la velocidad de bombeo, por lo que se dispondrá de una bomba que permita ajustar dicha velocidad según sea necesario. El caudal de bombeo se encontrará en el rango de 1 a 10 ml/h.

Se ha elegido una bomba de jeringa KDS LEGATO 100 (Figura 3-2). Para ahorrar espacio en el laboratorio, la Serie Legato 100 se puede colocar de lado, lo que reduce el tamaño en un 55 %. La visualización de la pantalla también se puede rotar, lo que permite al usuario controlar la bomba verticalmente. Se muestran alertas y mensajes de error al usuario, lo que elimina la incertidumbre sobre los problemas. La eficiencia del flujo se optimiza gracias a un motor paso a paso de gran precisión que actúa como émbolo para empujar la jeringa.

El mecanismo de la jeringa es fácil de usar y sujeta la jeringa de forma segura para un flujo suave. La precisión es de $\pm 0,5$ % con una repetibilidad del 0,05 %. La bomba se puede programar para una variedad de dinámicas de flujo. El caudal se puede seleccionar utilizando unidades de ingeniería seleccionables por el usuario, como ml, μ L, nL, horas, minutos y segundos. Puede efectuar una fuerza de empuje una fuerza de hasta 13,6 kilogramos, ajustable por el usuario para garantizar una aplicación de fuerza precisa para jeringas de varios tamaños, aunque en este proyecto se ha utilizado en todos los ensayos sólo las del mismo diámetro.



Figura 3-2 Bomba de jeringa KDS LEGATO 100

3.2.2 Aguja, jeringa y tubo de conexión

Puesto que la bomba empuja la disolución polimérica ubicada en la jeringa a una aguja situada en el interior de la caja de metacrilato, es preciso emplear un tubo de politetrafluoroetileno (teflón) siendo este un tipo de material inerte con los disolventes que se van a emplear para los distintos ensayos del electrofilado.

La aguja, que actúa como elemento conductor en el sistema de electrohilado, además de servir como un canal por el cual fluye la disolución polimérica, funciona como electrodo al estar conectada con uno de los terminales de la fuente de voltaje, estableciendo un diferencial de potencial con el contraelectrodo, que se encuentra conectado al colector.

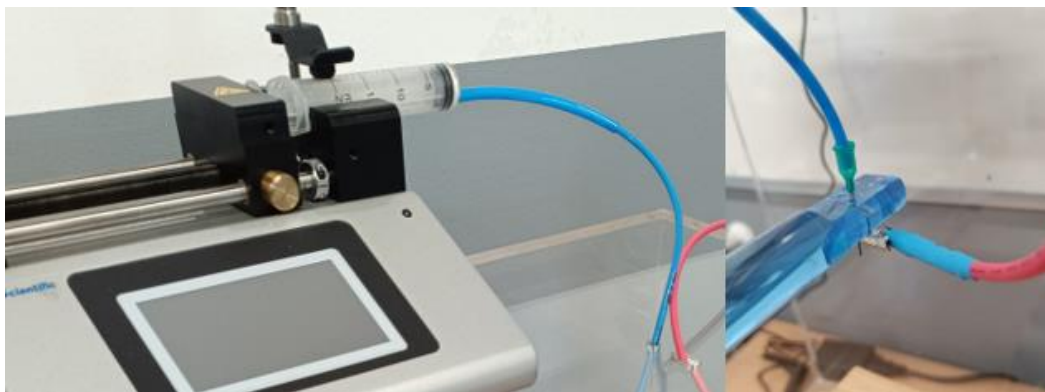


Figura 3-3 Jeringa conectada a tubo de conexión (izquierda), aguja conectada a tubo de conexión (derecha)

3.2.3 Generador de alta tensión

Puesto que se van a trabajar con polímeros con un rango de 5 kV a 25 kV se ha seleccionado el generador de tensión de la marca “Genvolt” modelo específico 73030 (Figura 3-4).

La serie 7XX30 de fuentes de alimentación de alto voltaje se utiliza principalmente como fuentes de alimentación de laboratorio. La fuente de alimentación cuenta con una pantalla digital LED para lectura de voltaje, rango de voltaje ajustable, salida altamente estable y baja ondulación. La unidad está disponible con polaridad positiva o negativa y uno o dos conectores de salida según los requisitos del usuario.

Las unidades de entrada de corriente continua se suministran con cables de salida de alto voltaje. Esta unidad de entrada de corriente continua se suministra con conector XLR de 24 V de 5 vías.



Figura 3-4 Generador de tensión Genvolt 73030

3.2.4 Termohigrómetro

Dentro de los parámetros que afectan a las fibras producidas se encuentra la humedad relativa, ya que determina la velocidad de evaporación del disolvente, la reacción de las soluciones, además de la posible aparición de pequeños poros circulares en la superficie de las fibras.

La temperatura que se encuentra dentro de la caja aislante es también un factor importante a tener en cuenta, ya que puede aumentar la rapidez de evaporación y ocasionar una reducción en la viscosidad de la solución. Por tanto, es necesario emplear un dispositivo para representar dichos parámetros ambientales durante los ensayos.

Para la elección del termohigrómetro (Figura 3-5), se ha de tener en cuenta que no debe ser muy grande y debe estar fabricado con materiales aislantes, por ello para este proyecto se ha elegido un termohigrómetro comercial sencillo, de pequeñas dimensiones para que no ocupe mucho espacio dentro de la caja de metacrilato.

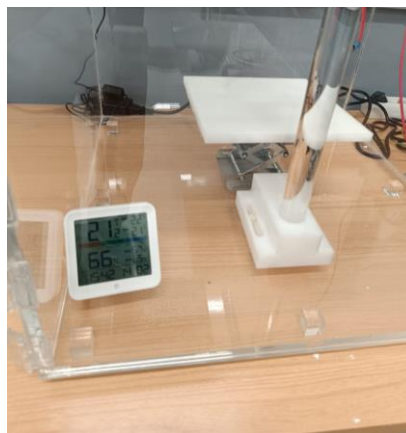


Figura 3-5 Termohigrómetro comercial

3.2.5 Caja protectora de metacrilato

La caja de metacrilato (Figura 3-6) aislante que se va a emplear para los ensayos experimentales consta de seis planchas de metacrilato. Las planchas se encuentran adheridas unas con otras, en vez de emplear una estructura interna que la soporte. La puerta de la caja es también una plancha de metacrilato, permitiendo abrir y cerrar la caja cuando sea conveniente. La altura del hueco de la caja permitirá llevar a cabo el proceso con una distancia del colector a la aguja de al menos 20 cm. Para regular esta medida se han empleado materiales no conductores.

Para poder fijar el ensamblaje de posicionamiento con tornillos, se han añadido dos orificios roscados de tamaño M4 en la base de la caja aislante. Además, cuenta con dos orificios en la parte superior, que se emplearán para conectar el electrodo positivo de la fuente de alimentación a la aguja y para el tubo de conexión entre la aguja y la jeringa, y otro orificio en la parte posterior de la caja para que se pueda conectar el contraelectrodo a la toma de tierra de la fuente de alimentación.

Para que no se abra la puerta de la caja mientras se está realizando el ensayo experimental, se ha facilitado un mecanismo de cierre, como se muestra en la siguiente figura. Además, se ha instalado un pomo cilíndrico en la puerta para facilitar su apertura.

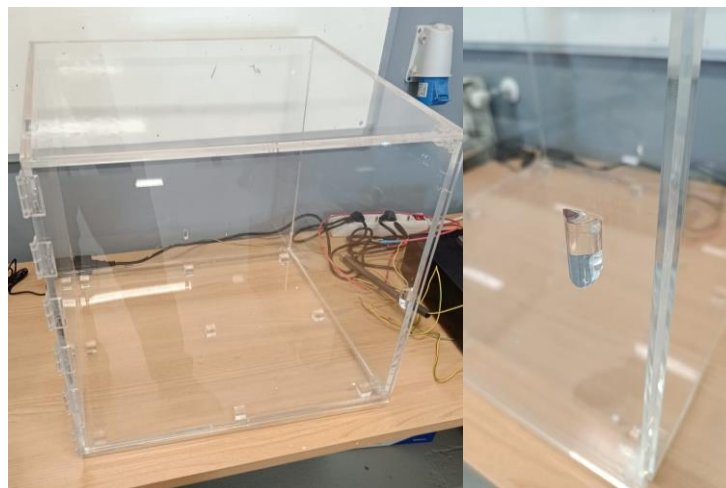


Figura 3-6 Caja de metacrilato protectora, imagen de la derecha detalle del sistema de cierre

3.2.6 *Ensamblaje de posicionamiento entre aguja y colector*

El conjunto de elementos que sujeta la aguja se encuentra en el interior de la caja de metacrilato, teniendo en cuenta que la aguja debe situarse lo más alejado posible de la puerta para garantizar la seguridad durante el ensayo, ya que los altos voltajes aplicados pueden presentar un riesgo indeseable para el usuario.

Las piezas de este conjunto no están estandarizadas debido a los requisitos específicos necesarios. Se ha centrado el diseño en asegurar que la aguja recibe el potencial eléctrico de la fuente de alimentación, ajustando la distancia entre el colector y la aguja por medio de un movimiento vertical en el eje correspondiente.

Para evitar que la disolución polimérica interfiera con algunos de los elementos que se encuentran en el interior de la caja, las partes de todo el conjunto deben de estar hechas por materiales aislantes.

3.2.7 *Contraelectrodo*

En todos los ensayos, se ha empleado como colector una fina lámina de papel de aluminio, que se sitúa sobre la superficie del colector y se encuentra conectado a la fuente de alimentación. De esta forma, las fibras producidas durante el proceso de electrofibrado, son recogidas por el papel de aluminio.

Además de cumplir con la función de contraelectrodo, el aluminio desempeña un papel importante al evitar la aparición de manchas y desperfectos en el colector.



Figura 3-7 Contraelectrodo conectado a papel de aluminio

3.2.8 *Pértiga de maniobra*

Debido a que se trabaja con voltajes superiores a 1kV en todos los ensayos por realizar, es muy importante realizar una descarga electrostática adecuada de los componentes metálicos una vez haya finalizado el proceso, como son la aguja y el contraelectrodo, para así poder manipularlos posteriormente de una forma segura.

Para conseguir esta descarga electrostática, se dispone en el laboratorio una pértiga de maniobra que permita descargar la aguja y la caja aislante.

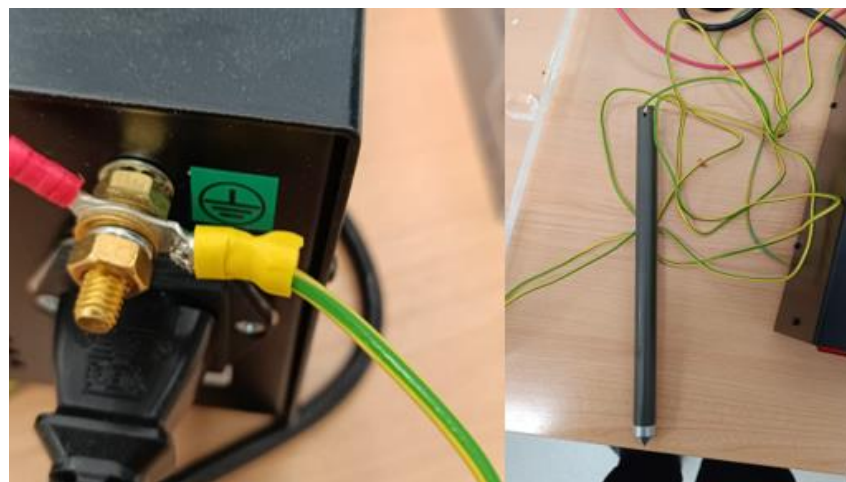


Figura 3-8 Cable de toma de tierra conectado al generador de tensión (izquierda) Pértiga de maniobra empleada en el laboratorio (derecha)

3.3 Preparación de las soluciones poliméricas

3.3.1 Preparación de los reactivos

Para la obtención de las distintas soluciones poliméricas que se van a emplear durante los distintos ensayos utilizando la máquina de electrohilado, se van a escoger los siguientes reactivos: PCL Mn 80.000, nanopartículas de TiO₂ Aeroxide P25 y nanopartículas de SiO₂.

La solución que se va a emplear se realizará a partir de policaprolactona (PCL). Este es un polímero biodegradable, de origen fósil, de la familia de los poliésteres alifáticos, monómero cíclico de fórmula química C₆H₁₀O₂. El PCL es un plástico biodegradable elaborado a partir de derivados del petróleo y está compuesto de una secuencia de unidades de metileno, entre los que se forman grupos éster. Se trata de un polímero semicristalino con un punto de fusión entre 58 y 60°C, lo que no supone ninguna limitación para trabajar con dicho polímero en el laboratorio.

El PCL tiene las propiedades que se buscan en los objetivos del presente proyecto ya que es hidrofóbico, transpirable y resistente a la humedad, a la vez que presenta un coste de compra relativamente bajo. Además, cabe mencionar su buen poder dispersante para pigmentos, su buena procesabilidad, y su gran capacidad para formar mezclas miscibles o parcialmente miscibles con una amplia variedad de polímeros. [25]

Las aplicaciones de este polímero se pueden encontrar en adhesivos, agentes compatibilizantes y películas, así como en medicina. Al tener un bajo punto de fusión, es utilizado como un plástico capaz de ser moldeado a mano, útil para la fabricación de prototipos, reparación de piezas plásticas y confección de artesanías.

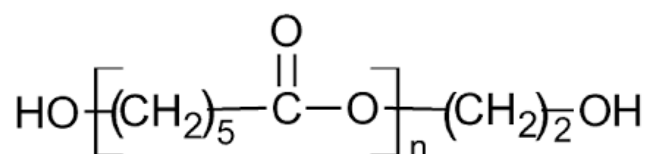


Figura 3-9 Estructura molecular de la policaprolactona [26]

Para la preparación de las muestras se hará uso de un agitador magnético combinándolo con una aplicación de calor de no más de 40°C y 1000 revoluciones por minuto. Se mezclará con acetona debido a su elevada constante dieléctrica.

Las nanopartículas tanto de TiO₂ como de SiO₂ se añadirán a la mezcla de acetona con PCL tras determinar con qué porcentaje de polímero se realizan de manera eficiente los ensayos, ahorrando así costes de material. A partir de la elección del porcentaje óptimo de PCL, se añadirán distintos porcentajes de partículas para determinar además cuáles pueden llegar a presentar las mejores propiedades impermeables e ignífugas.

3.4 Metodología de fabricación de las fibras

Para realizar las pruebas experimentales de fabricación de fibras, en primer lugar, se ha establecido la concentración de la solución polimérica, siendo una variable importante del proceso debido a la influencia que llega a ocasionar en la morfología y diámetros de las fibras que se van a obtener.

En los siguientes ensayos experimentales se escogerá una concentración del 5%, 10%, 15% y 20% en peso para el PCL, pudiendo analizar con varios parámetros cuáles serán aquellas fibras que se logran obtener de manera satisfactoria.

Estas soluciones de material precursor (PCL) en acetona son escogidas de tal forma que las cantidades apropiadas de PCL y acetona se miden en una balanza de precisión para obtener una masa total de 50 g por cada mezcla preparada, incluyendo también las que presentan nanopartículas de TiO₂ y SiO₂.

Para preparar la disolución de PCL, se disuelve ésta en acetona mientras se calienta dicha solución a una temperatura de entre 35-40°C durante aproximadamente 6 horas, en la que se consigue facilitar la disolución gracias al agitador magnético que se encuentra funcionando a una velocidad de 1000 rpm.

En algunos casos se tiene que disminuir dicha velocidad, ya que la solución adquiere propiedades viscosas y el imán que se encuentra en contacto con el material mezclado no puede girar con normalidad.

Dichas mezclas una vez verificada la correcta disolución del PCL en la acetona se han introducido en una jeringa de 20 mL de capacidad que se dispone sobre la bomba de jeringa previamente programada con los parámetros de inyección, en los que se encuentran la velocidad de avance y el volumen total exacto bombeado.

Se ajusta el generador de alta tensión al voltaje requerido y se conecta el electrodo positivo al mismo junto con la aguja que se encuentra en el interior de la caja de metacrilato a través de uno de los orificios que se encuentra en la zona superior.

Una vez revisados todos los parámetros de seguridad, puerta de la caja cerrada, voltaje ajustado, tubos de conexión conectados y parámetros de inyección confirmados, se puede comenzar el ensayo activando la bomba de inyección.

El material obtenido durante el proceso es recogido sobre un receptáculo de aluminio conectado a tierra, en el generador de tensión, que hace de colector del sistema de electrospinning.

Finalizado el ensayo, se desconecta la fuente de voltaje, se descarga estáticamente la aguja y el receptáculo de aluminio y se recoge el material del colector.

3.5 Caracterización de las fibras

3.5.1 Caracterización morfológica de las muestras

Para analizar microscópicamente las muestras obtenidas experimentalmente se ha utilizado el microscopio Dino-lite High Magnification (Figura 3-11) apoyándose del software informático “Dino Capture 2.0” (Figura 3-10).

Este sistema de microscopía ofrece herramientas para capturar imágenes de alta calidad de las fibras, así como funciones para realizar mediciones precisas de diversos parámetros, como longitud, grosor y forma de las fibras. Además, proporciona opciones de calibración para asegurar la exactitud de las mediciones realizadas.

Este microscopio ofrece una amplia gama de aumento, permitiendo observar las fibras con gran detalle. Además, su óptica de alta calidad garantiza imágenes nítidas y claras, facilitando el estudio de las características estructurales de las fibras fabricadas.

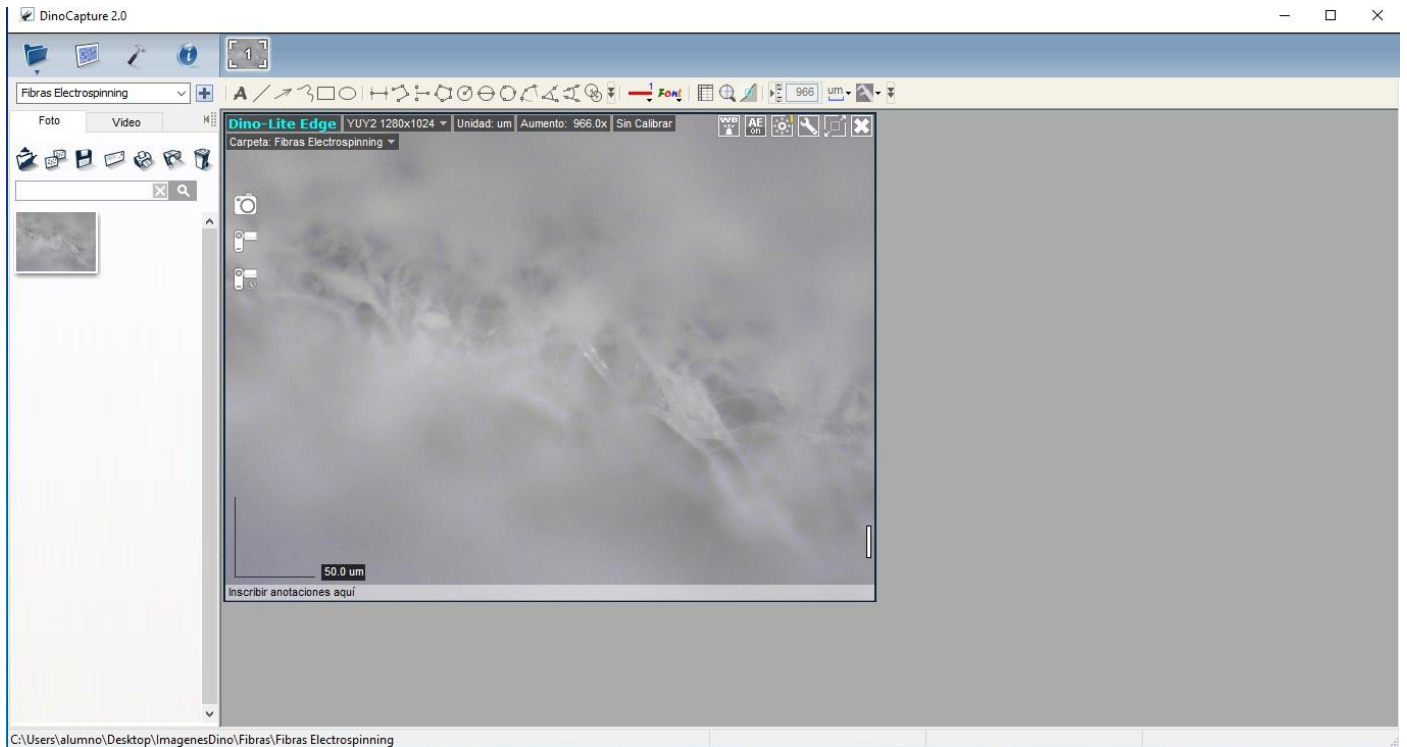


Figura 3-10 Software informático DinoCapture 2.0



Figura 3-11 Microscopio Dino-High Magnification Lite

3.5.2 Evaluación de las propiedades hidrofóbicas

En 1805, Thomas Young, científico británico del siglo XIX, cuantificó la teoría del ángulo de contacto (θ) tras analizar aquellas fuerzas que actúan sobre las gotas rodeadas de aire. Basándose en la definición de Young, en la Figura 3-12 se puede observar un esquema de diferentes superficies superhidrofílicas, hidrofílicas, hidrofóbicas y superhidrofóbicas, de izquierda a derecha respectivamente.

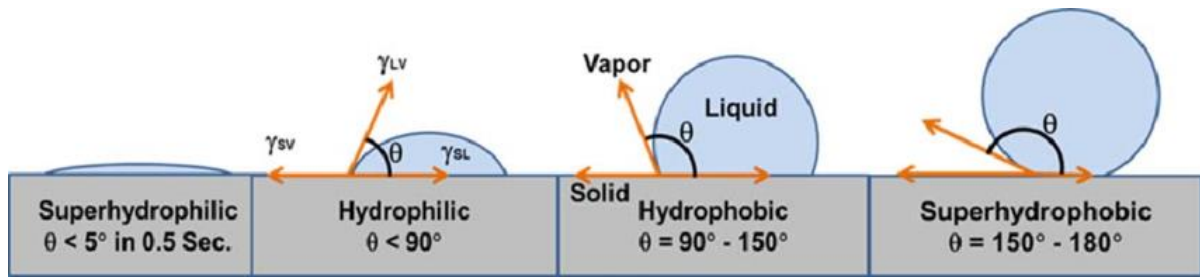


Figura 3-12 Representación esquemática de las superficies superhidrofílicas, hidrofílicas, hidrofóbicas y superhidrofóbicas [27]

En una superficie superhidrofóbica, el ángulo de contacto debe ser mayor de 150°, característica que se consideraría ideal para la creación de un tejido impermeable.

El científico británico expresó el ángulo de contacto (θ) de una gota de agua sobre una superficie sólida mediante la siguiente ecuación:

$$\cos(\theta) = (\gamma_{SV} - \gamma_{SL}) / \gamma_{LV}$$

Donde γ_{SV} , γ_{SL} y γ_{LV} son las tensiones interfaciales del sólido, líquido y vapor, respectivamente. Las fuerzas creadas por las tensiones superficiales en cada interfaz hacen que las gotas de agua se acerquen al sólido y adquieran una forma determinada.

Según la ecuación de Young, el ángulo en que la gota toca la superficie sólida, denominado ángulo de contacto, está relacionado con la diferencia entre las fuerzas que actúan en la interfaz entre el sólido y el vapor, y entre el líquido y el sólido. [28]

Para la medición del ángulo de contacto fibra-líquido, y por consiguiente evaluar si las fibras son hidrofílicas o hidrofóbicas, se ha utilizado el medidor de ángulo de contacto de la marca “Ossila” (véase Figura 3-13) proporcionará un método rápido, confiable y simple para medir el ángulo de contacto y tensión superficial de las gotas de agua de 7 μl, con la ayuda de una micropipeta de laboratorio de la marca “JOANLAB”, depositadas sobre el tejido de las fibras elaboradas en el laboratorio.

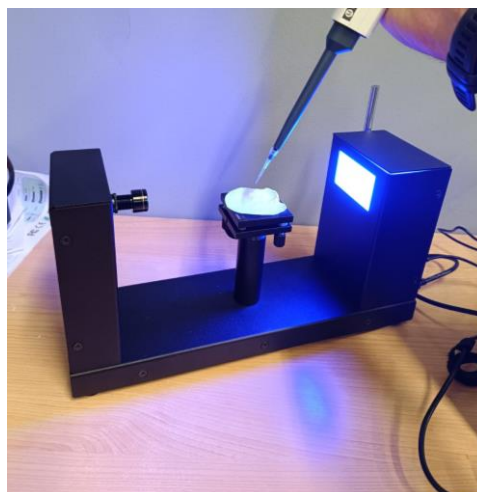


Figura 3-13 Proceso para medir ángulo de contacto

El sistema de medición del ángulo está equipado con una cámara de alta resolución que graba hasta 30 fotogramas por segundo, lo que permite un análisis detallado de las muestras, a través del software propio del dispositivo (véase Figura 3-14). La fuente de luz monocromática proporciona una iluminación potente y uniforme para detectar con precisión los bordes de las gotas de agua. La plataforma de muestra ajustable permite la alineación de la superficie y evita el movimiento durante la deposición de gotas, lo que garantiza mediciones precisas y confiables.

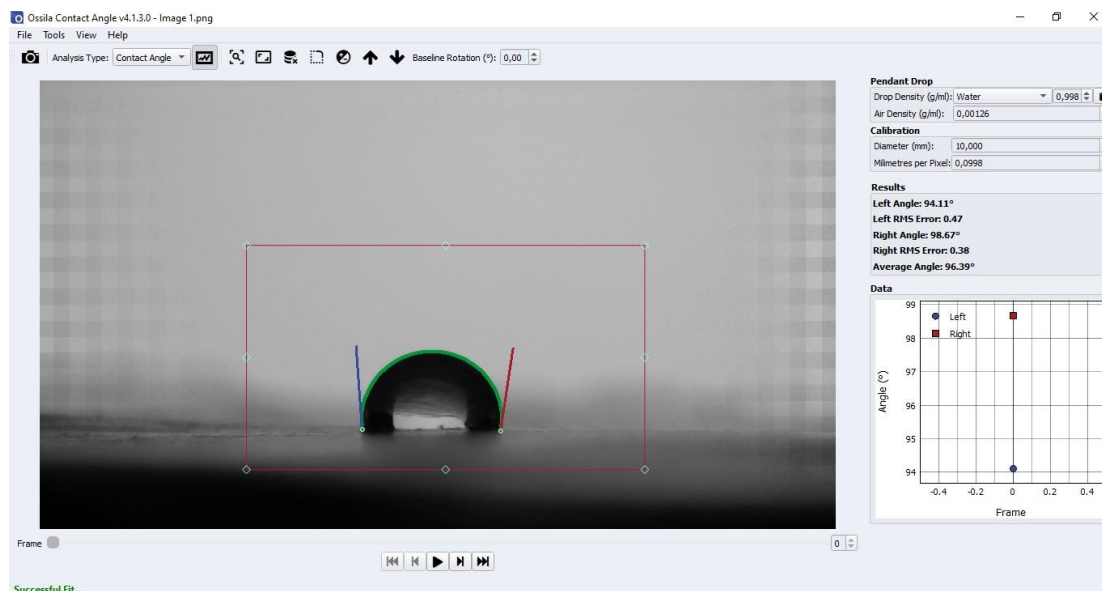


Figura 3-14 Software informático Ossila Contact Angle

La jeringa que se va a emplear es la Micropipeta Semiautoclavable modelo M-10, de la marca JOANLAB ya que es mucho más precisa que la que nos ofrece el sistema de medidor de ángulos Ossila. En cuanto a sus características la Micropipeta M semiautoclave tiene un diseño ergonómico y liviano para facilitar su uso, la pantalla digital permite una fácil lectura de los ajustes de volumen en un amplio rango de 0,1 μL a 10 μL . Además, cuenta con una junta tórica de PTFE para un uso más cómodo. [29]

La medición de dicho ángulo se realizará gracias al software “Ossila Contact Angle”, en el que se podrá analizar en detalle los ángulos de contacto de dicha gota de agua, permitiendo una comprensión más clara sobre la hidrofobicidad de los tejidos. [30]

Esta información es importante para muchas aplicaciones, desde el desarrollo de materiales avanzados hasta la optimización de revestimientos y superficies en diversos campos de la ciencia y la tecnología.

3.5.3 Evaluación de las propiedades fotocatalíticas de las muestras

Se ha realizado la evaluación de la capacidad fotocatalítica de las muestras de fibras PCL dopadas con TiO_2 a través de la inmersión parcial de las muestras de fabricadas (tres réplicas por muestra) en 20 mL de disoluciones patrones de azul de metileno al 1% y agua destilada, diluido 1:1000 [31], sometidas a luz ultravioleta ($\lambda_{\text{pico}} = 368 \text{ nm}$, 12 cm altura del foco emisor respecto a las muestras), durante un máximo de 24 horas, como se muestra en la Figura 3-15.

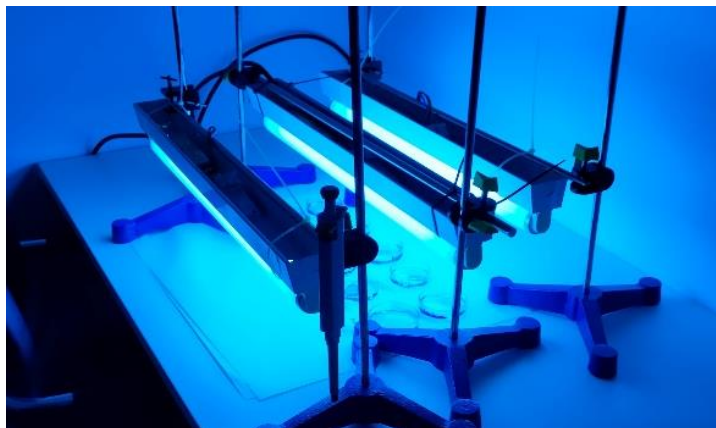


Figura 3-15 Ensayo de degradación de contaminantes

Las muestras así dispuestas fueron analizadas mediante espectrometría UV/VIS (Perkin Elmer UV/VIS Lambda XLS, (Figura 3-16), utilizando el espectrómetro del laboratorio de investigación de química del CUD-ENM, y el software Lambda Bio XLS.



Figura 3-16 Perkin Elmer UV/VIS Lambda XLS [32]

La preparación del azul de metileno se llevó a cabo mediante la adición de 1 mL de dicho tinte a un matraz con 1000 mL de agua destilada. Finalmente se tapa y agita el matraz hasta obtener una mezcla homogénea,

Se tomaron para su análisis 5 tomas de muestras, de 2mL por toma, en los siguientes intervalos de tiempo; a los 30 min (1), 1 h (2), 1h:30 min (3), 5 h (4) y 24 h (5).

3.5.4 Caracterización química de las fibras

Para la caracterización química de las muestras de las distintas fibras fabricadas se ha utilizado espectroscopía de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR), cuyos ensayos han sido realizados por el Grupo de Aplicaciones Industriales de la Universidad de Vigo (LaserON). El dispositivo utilizado ha sido un FTIR Cary 630 de Agilent (Figura 3-17). Las muestras de fibras simplemente se colocan sobre la zona de medición sin necesidad de tratamientos previos, y se realiza la medida.



Figura 3-17 Sistema de caracterización FITR. Cortesía LaserON (Uvigo)

4 ENSAYOS EXPERIMENTALES

4.1 Ensayos experimentales

4.1.1 Acetona

Para determinar el rango óptimo de trabajo, antes de llevar a cabo aquellos experimentos con la solución de PCL se han llevado a cabo ensayos preliminares empleando únicamente la acetona para así poder determinar los efectos de los parámetros del proceso.

De esta forma se evita desperdiciar PCL en aquellas posibles pruebas en las que no puedan formarse las fibras correctamente.

Por lo tanto, aunque la presencia de fibras puede no ser obvia debido a la evaporación de la acetona antes de ingresar al colector o después de su deposición, se pueden sacar conclusiones importantes sobre la influencia de estos parámetros en varios procesos diferentes que conducen a la formación de rayos.

El análisis del comportamiento del haz durante el electrohilado puede proporcionar información importante sobre la influencia de estos parámetros en la morfología, distribución y uniformidad del haz.

Aunque el objetivo principal del electrohilado es la producción de fibras, la comprensión de estos parámetros que influyen en el proceso de formación del haz es importante para optimizar las condiciones de producción y mejorar la calidad, así como las propiedades de las fibras producidas en posteriores ensayos.

Ensayo	Voltaje (kV)	Distancia (mm)	Caudal (mL/h)
1	5	100	5
2	10	100	5
3	15	100	5
4	5	100	10
5	10	100	10
6	15	100	10
7	5	100	20
8	10	100	20
9	15	100	20
10	5	200	5
11	10	200	5
12	15	200	5
13	5	200	10
14	10	200	10
15	15	200	10
16	5	200	20
17	10	200	20
18	15	200	20
19	5	300	5
20	10	300	5
21	15	300	5
22	5	300	10
23	10	300	10
24	15	300	10
25	5	300	20
26	10	300	20
27	15	300	20

Tabla 2 Ensayos experimentales sólo con acetona

Se ha podido observar durante los ensayos que los chorros y las gotas que salen de la aguja no caen perpendicularmente desde la punta al colector, sino que varía con una inclinación según el ensayo realizado. Esto se debe a que el campo eléctrico no es estable, ya que el fluido empleado para el proceso no es un buen conductor, ni dieléctrico.

Esta inestabilidad se puede deber a que puede haber una diferencia en el número de iones positivos y negativos en una región particular dando lugar a que un fluido cerca del electrodo negativo contenga iones más positivos que iones negativos.

Se puede concluir de los siguientes ensayos realizados podríamos descartar para los siguientes ensayos que contienen PCL, los que presentan un voltaje únicamente de 5 kV, ya que apenas se estira la gota por la poca corriente que pasa a través de ella (Figura 4-1).



Figura 4-1 Ensayo 13, con un voltaje aplicado de 5 kV

Por la otra parte, cuanto mayor voltaje se le aplique se ha observado una mayor elongación en el cono de Taylor (véase Figura 4-2) se encontrará el cono de Taylor, siendo óptimos aquellos ensayos que se mantienen con un voltaje de entre 10 y 15 kV, pudiendo aumentarlos en los ensayos siguientes que se encuentra el PCL.



Figura 4-2 Ensayo que demuestra que, a mayor voltaje, mayor elongación

4.1.2 Ensayos con mezcla de acetona y PCL

Para poder mezclar el PCL con la acetona de manera eficaz, en primer lugar, se ha establecido la concentración de la solución polimérica, siendo una variable importante del proceso debido a la influencia que llega a ocasionar en la morfología y diámetros de las fibras que se van a obtener.

En los siguientes ensayos experimentales se escogerá una concentración del 5%, 10%, 15% y 20% en peso para el PCL, pudiendo analizar con varios parámetros cuáles serán aquellas fibras que se logran obtener de manera satisfactoria.

Las disoluciones poliméricas se han llevado a cabo tomando 50 ml de acetona, puesto que es la cantidad necesaria para que se tenga suficiente material para la realización de varios ensayos experimentales.

Para preparar la disolución de PCL en acetona han estado en agitación magnética durante 6 horas a 1000 rpm y sometida a una temperatura de 40 C.

En algunos casos se tiene que disminuir dicha velocidad, ya que la solución adquiere propiedades viscosas y el imán que se encuentra en contacto con el material mezclado no puede girar con normalidad.

Las disoluciones obtenidas a partir de la mezcla de PCL en una proporción del 15 % en peso pudieron revelar una viscosidad notablemente elevada, específicamente en las mezclas que presentaban una concentración del 20 %. Estas últimas dieron lugar a una disolución excepcionalmente viscosa, dificultando la capacidad de la jeringa para absorber el material debido a la resistencia significativa del mismo.

Además, al acoplar la jeringa a la bomba de infusión, se observó la detención de la bomba de forma intermitente, debido a la elevada resistencia ofrecida por la jeringa ante la viscosidad pronunciada de la disolución.

En la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se muestran todos los ensayos experimentales que se han realizado a partir de la mezcla de acetona y el porcentaje determinado de PCL:

Ensayo	%wt PCL	Voltaje (kV)	Distancia (mm)	Caudal (mL/h)	Vol. Bombeado (µL)	Temperatura (°C)	Humedad relativa (%)
1	5	15	100	1	300	21,9	67
2	5	15	100	5	300	21,9	67
3	5	15	100	10	300	21,9	67
4	5	15	150	1	300	21,9	67
5	5	15	150	5	300	21,9	67
6	5	15	150	10	472,464	21,9	67
7	5	20	150	5	300	21,9	67
8	5	25	150	5	300	21,9	67
9	10	15	100	1	300	21,8	67
10	10	15	100	5	300	21,8	67
11	10	15	100	10	300	21,8	67
12	10	15	150	1	300	21,8	67
13	10	15	150	5	300	21,8	67
14	10	15	150	10	300	21,8	67
15	10	20	150	5	300	21,8	67
16	10	25	150	5	300	21,8	67
17	15	15	100	1	300	18,0	69
18	15	15	100	5	300	18,0	69
19	15	15	100	10	300	18,0	69
20	15	15	150	1	300	18,0	69
21	15	15	150	5	300	18,0	69
22	15	15	150	10	300	18,0	69
23	15	20	150	5	300	18,0	69
24	15	25	150	5	600	18,0	69
25	20	15	100	1	300	17,4	71
26	20	15	100	5	400	17,4	71
27	20	15	100	10	300	17,4	71
28	20	15	150	1	300	17,4	71
29	20	15	150	5	300	17,4	71
30	20	15	150	10	300	17,4	71
31	20	20	150	5	300	17,4	71
32	20	25	150	5	300	17,4	71

Tabla 3 Ensayos experimentales con acetona y PCL

Aquellos ensayos que muestran un caudal de 1mL/h se han tenido que descartar, debido a que, por su baja velocidad, antes de caer el material en el colector, se quedaba solidificado en la aguja y el

material que conseguía caer no llegaba a cumplir con los requisitos de obtener unas fibras para su estudio, como se ve reflejado en la Figura 4-3 Ensayo 17, 1mL/h.

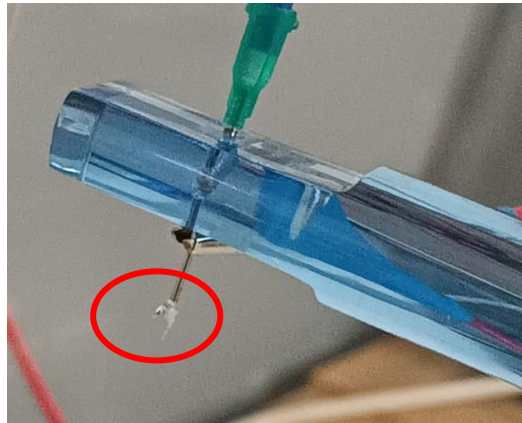


Figura 4-3 Ensayo 17, 1mL/h

Tras llevar a cabo los ensayos que presentan un 20 % de PCL en el laboratorio conforme a los parámetros y metodologías establecidas, los resultados obtenidos no han alcanzado los estándares esperados y, en consecuencia, se considera que dicha concentración del 20 % en peso de PCL es excesiva para poder fabricar las fibras deseadas. Es por ello, que se va a descartar la inclusión de estos ensayos en posteriores desarrollos a lo largo del presente proyecto.

A continuación, se puede observar en detalle (Figura 4-4) algunos de los ensayos realizados al 20% de PCL, observándose claramente las dificultades de producción de fibras comentadas:



Figura 4-4 Ensayos realizados con el 20 % en peso de PCL

4.1.2.1 Influencia de la cantidad de PCL

En general se ha apreciado como el incremento en la concentración de PCL durante el proceso de electrohilado da lugar a una mayor tasa de producción de fibras, aunque como se comentó anteriormente con valores por encima del 20 % la obtención de fibras se hace muy difícil debido a la alta viscosidad de la solución. Esto conduce a que, en menos tiempo la capa de aluminio adquiera una malla más consistente del tejido depositado. Este efecto se debe a que un aumento en la concentración implica una mayor cantidad de PCL en la disolución.

Los ocho primeros ensayos realizados van a consistir en una disolución de PCL al 5% en 50 ml de acetona aplicando voltajes en un rango de entre 15 kV y 25 kV, omitiendo aquellos que presentan un caudal de 1 ml/h por las razones que se han expuesto en el apartado anterior 4.1.2.

Analizando las imágenes obtenidas mediante el microscopio digital, se ha observado la obtención de fibras en un rango desde los 2 μm hasta valores de tan solo 0,5 μm . En algunas de las muestras obtenidas no se ha podido separar el tejido del papel de aluminio, por lo que aparece algún destello al realizar la fotografía.

En los ensayos realizados con un 10 % en peso de PCL, se obtienen algunas fibras con un diámetro de hasta 5 μm , aunque la mayoría se mantienen en 2 μm . En el ensayo realizado con los mismos parámetros con un 15 % en peso de PCL se podía observar cómo presentaba además un adecuado alargamiento del material a la salida de la aguja.

En los ensayos del 15 % de PCL todas las fibras aumentan el grosor de su diámetro hasta 5 μm , siendo en casi su totalidad todas del mismo grosor.

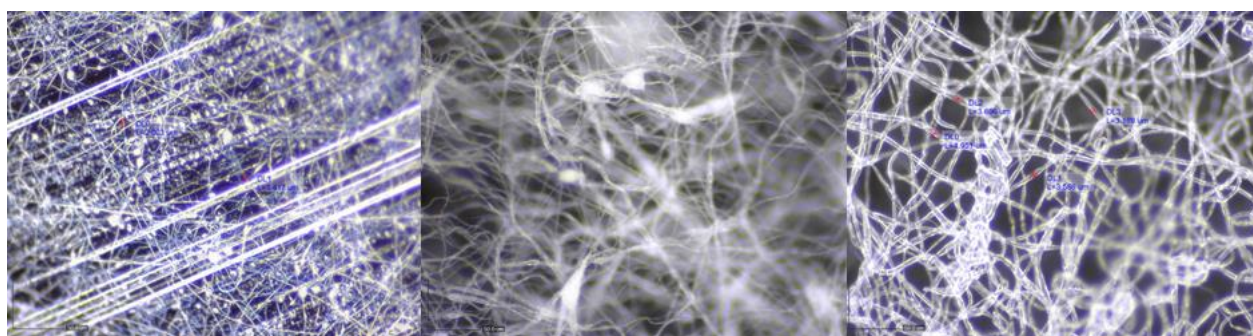


Figura 4-5 Evolución de las fibras aumentando la concentración de PCL, de izquierda a derecha (5 % wt PCL, 10 % wt PCL y 15 % wt PCL)

Se puede concluir que tras la realización de los ensayos que presentan un 10 % y un 15 % en peso de PCL, se obtienen mejores resultados en comparación con los que presentan un 20 % (los cuales además presentan mucha dificultad para su realización).

Los resultados son aún mejores con un 10 % en peso, ya que con un 15 % se observa la formación de una gran cantidad de hilos en la punta de la aguja en casi todos los casos, lo que dificulta la formación adecuada del chorro. Esto se debe a que una concentración elevada aumenta la viscosidad de la disolución, por lo que se requiere de un campo magnético superior para lograr la adecuada electrohiladura de la disolución.

No obstante, aquellos ensayos del 15 % en peso, se han podido analizar mejor con el microscopio, ya que se podía separar del colector de aluminio sin ningún problema, a diferencia en el caso de los ensayos al 10 %.

4.1.2.2 Efecto del caudal de bombeo

Una vez se ha analizado el efecto de la concentración en el proceso, se realiza el mismo análisis sobre el producto final obtenido en cuanto a la velocidad de salida de la solución polimérica.

Se puede concluir que, a menor velocidad del émbolo de empuje de la bomba de jeringa, menor es el diámetro de las fibras producidas, ya que la solución está en contacto con la aguja durante un período de tiempo de mayor duración antes de ser estirada y solidificada. Esto permite que las fuerzas electrostáticas se equilibren de manera eficiente, resultando en una extrusión más uniforme y controlada.

Por otro lado, cuando la velocidad de salida es mayor, la solución polimérica se estira y se solidifica más rápido, provocando el efecto adverso que se produce con una velocidad menor, es decir,

un mayor diámetro en las fibras producidas, además en este caso se ha observado una mayor variabilidad de tamaño de estas.

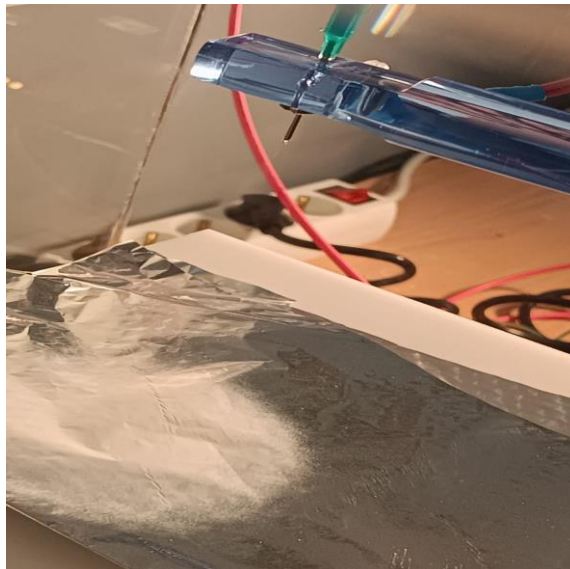


Figura 4-6 Ensayo experimental realizado eficazmente

4.1.2.3 Efecto del voltaje

Los ensayos realizados de las distintas soluciones demuestran que la variación del voltaje aplicado sobre estas produce una leve modificación en el chorro, resultando en la disminución del diámetro de las fibras. Los voltajes de 15 kV, 20 kV y 25 kV son los que se seguirán empleando para el resto de los ensayos experimentales.

4.1.2.4 Efecto de la distancia

En cuanto al estudio de la distancia relativa entre el electrodo y el contraelectrodo, se ha constatado como la distancia entre la aguja y el colector es uno de los factores críticos para determinar el área de deposición. Cuando la distancia es menor, el campo eléctrico entre ambos elementos es más intenso y se concentra en gran medida en el centro del colector, dando lugar a un área de deposición de menor tamaño. Al aumentar esta distancia, ocurre el efecto contrario, en el que parte del material puede llegar a depositarse fuera del colector.

Por ello, tras realizar los análisis con sólo acetona, se llega a la conclusión que la distancia de 100 mm es muy pequeña, ya que las fibras quedarían concentradas en un área tan reducida que dificultaría el estudio de ellas con los medios y equipos de los que se disponen en el laboratorio.

Por otro lado, los ensayos en los que la distancia entre la aguja y el colector es de 300 mm, gran parte del material queda fuera del colector, por lo que la distancia de 150 mm resulta óptima para realizar el resto de los ensayos experimentales.

4.1.3 Ensayos con PCL y nanopartículas de TiO₂

Mediante la experiencia obtenida en los ensayos anteriores, se ha obtenido el rango óptimo de los parámetros de procesamiento. Basándose en ello se ha procedido a continuación al dopaje del PCL

con nanopartículas de TiO_2 con el objeto de obtener fibras que por un lado adquieran propiedades fotocatalíticas, y por otro mejoren sus propiedades hidrofóbicas.

Por tanto, se han realizado ensayos en los que se ha procedido a añadir a las disoluciones que presentaban un 15 % de PCL al cual se ha añadido porcentajes de Titanio; 0,5 %, 1 % y 2% en peso. Basándonos en los ensayos experimentales anteriores empleando únicamente PCL se han escogido los siguientes parámetros recogidos en la Tabla 4 para la fabricación de fibras de PCL dopadas con nanopartículas de TiO_2 .

Ensayo	%wt PCL+Ti	Voltaje (kV)	Distancia (mm)	Caudal (ml/h)	Vol. Bombeado (μl)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Humedad relativa (%)
33	0,5% Ti+ 15%PCL	15	150	5	600	18,6	69
34		18	150	10	600	18,6	69
35		20	150	5	600	18,6	69
36		20	150	10	600	18,6	69
37	1%Ti+15%PCL	15	150	5	300	18,6	69
38		15	150	10	300	18,6	69
39		20	150	5	300	18,6	69
40		20	150	10	300	18,6	69
41	2%Ti+15%PCL	15	150	5	600	18,6	69
42		18	150	10	600	18,6	69
43		20	150	5	300	18,6	69
44		20	150	10	300	18,6	69

Tabla 4 Ensayos experimentales mezclando PCL con nanopartículas de TiO_2

Al comparar las fibras dopadas de TiO_2 con las muestras fabricadas sólo con PCL, se puede observar, mediante la inspección por microscopía digital, un cambio morfológico significativo en las fibras obtenidas que puede ser achacable a la presencia de las nanopartículas de TiO_2 añadidas.

En la Figura 4-7 se puede observar como las fibras tienen ligeros cambios de color y tonalidad que podrían ser consecuencia de la presencia de las nanopartículas de Titanio. Los diámetros de las fibras oscilan entre máximos de 4,5 y mínimos (apreciables) de 1 μm . Comparándolo con el ensayo que sólo tiene PCL (Figura 4-7, derecha), que presenta los mismos parámetros de procesamiento, se observa como las fibras presentan una ordenación más marcada en una misma dirección, así como una menor aglomeración entre ellas. Una explicación de ello puede ser que la presencia de las nanopartículas disminuye el efecto de la humedad relativa, entre otros posibles efectos.

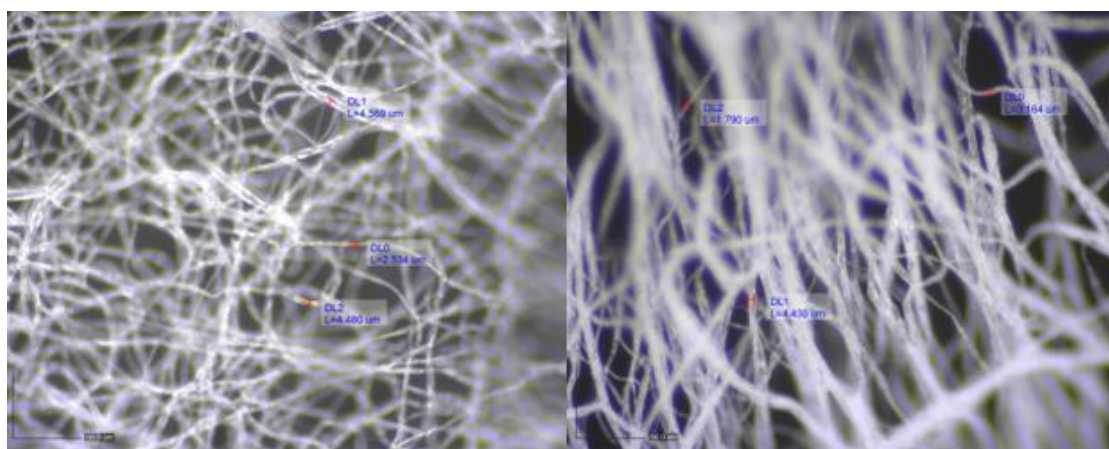


Figura 4-7 Comparación de las muestras con sólo PCL (izquierda) y dopadas con TiO_2 (derecha)

Se puede comprobar durante la realización de la mezcla que la viscosidad de la solución aumenta, así como la cantidad de perlas (véase Figura 4-8) que se pueden encontrar en el tejido fabricado.

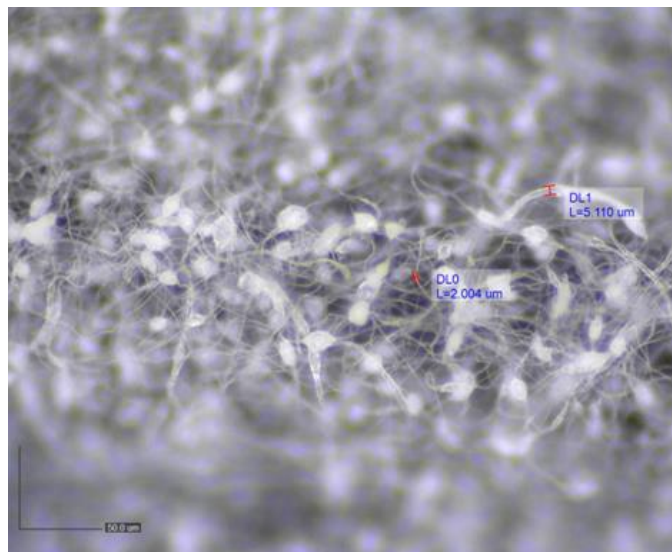


Figura 4-8 Aparición de perlas en fibras dopadas de nanopartículas

Se ha podido observar una mejora en los resultados del proceso de fabricación de las fibras, cuando se añade un 2 % en peso de nanopartículas de TiO_2 . No obstante, se ha observado que la aguja se tapona con mayor frecuencia debido a la alta concentración de nanopartículas, provocando una obstrucción del flujo. Por ello, los ensayos que alcanzan la máxima velocidad de salida y voltaje son los que logran retirar la solución de la punta antes de solidificarse.

A continuación, en la Tabla 5 se puede observar gráficamente las fibras obtenidas bajo los distintos parámetros de ensayos y su comparación también con el mismo ensayo sin dopaje con TiO_2 :

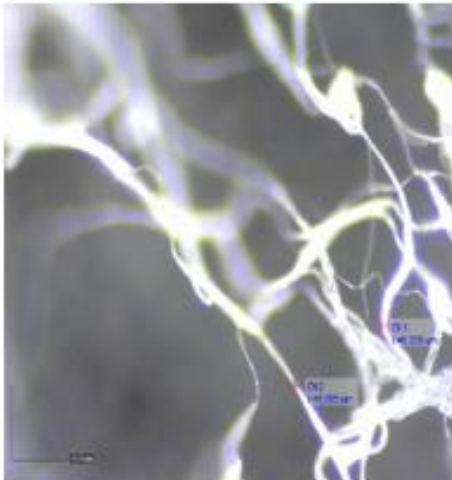
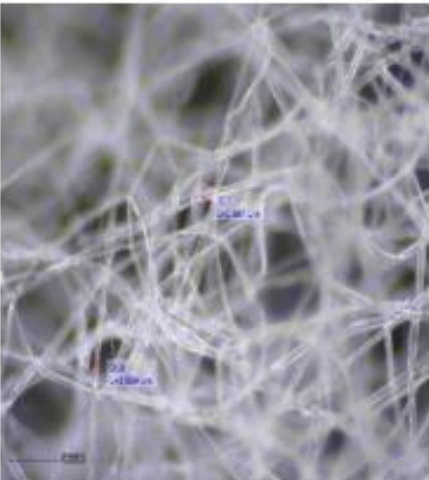
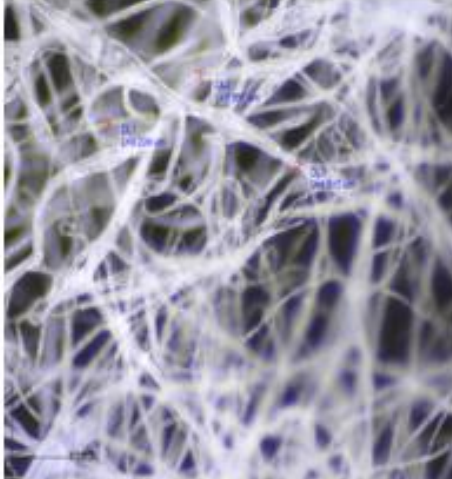
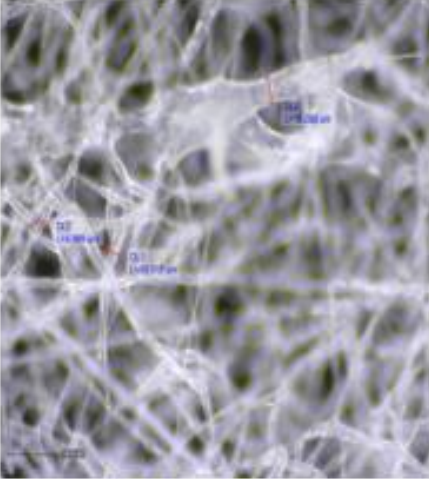
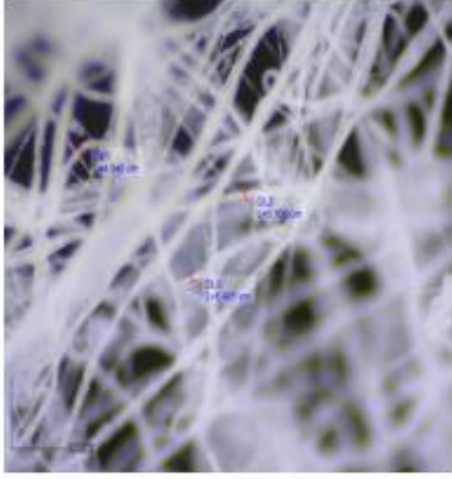
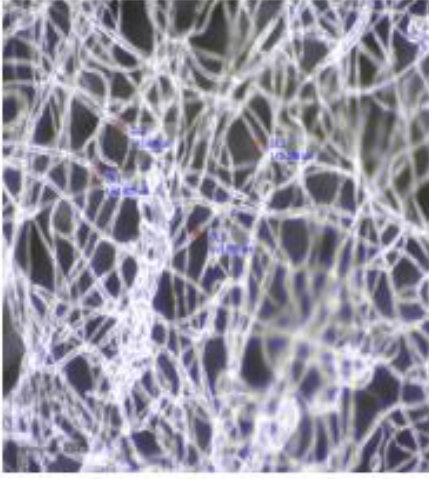
<i>Parámetros</i>	<i>Fibras PCL dopadas de nanopartículas TiO₂</i>	<i>Fibras PCL</i>
0,5 % wt TiO ₂ + 15 %PCL 10 mL/h 150 mm 20 kV		
1 % wt TiO ₂ + 15 %PCL 10 mL/h 150 mm 20 kV		
2 % wt TiO ₂ + 15 %PCL 10 mL/h 150 mm 20 kV		

Tabla 5 Comparación de la formación de fibras entre las dopadas de nanopartículas de TiO₂ y PCL

4.1.3.1 Propiedades hidrofóbicas

Las muestras del TiO_2 que han sido estudiadas presentan una baja permeabilidad frente a las muestras de PCL, en todos los parámetros del proceso que se han ido variando entre ensayos.

Como se muestra en la Figura 4-9, se puede observar como en los ensayos de TiO_2 la gota de agua destilada depositada en la superficie de las muestras tiende a presentar un ángulo indeseado menor o igual que 90° , a diferencia de los ensayos que sólo tiene PCL.

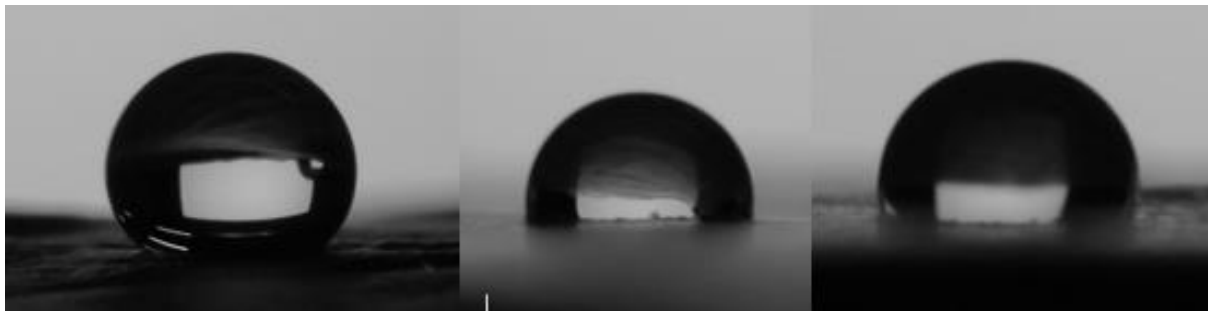


Figura 4-9 Ensayos 18, 39, 40, de izquierda a derecha respectivamente

4.1.3.2 Ensayos fotocatalíticos

En cuanto al análisis de las propiedades fotocatalíticas de las fibras, y por consiguiente sus capacidades de eliminación de contaminantes orgánicos, se han analizado fibras de PCL sin dopaje de nanopartículas de TiO_2 , PCL con 0,5 % de TiO_2 , fibras PCL con 1,0 % de TiO_2 , y PCL con 2,0 % de TiO_2 . Además, se dispusieron dos blancos con azul de metileno sin ninguna muestra como referencia. Los resultados obtenidos mediante la espectroscopía UV/VIS se muestran en la Tabla 6.

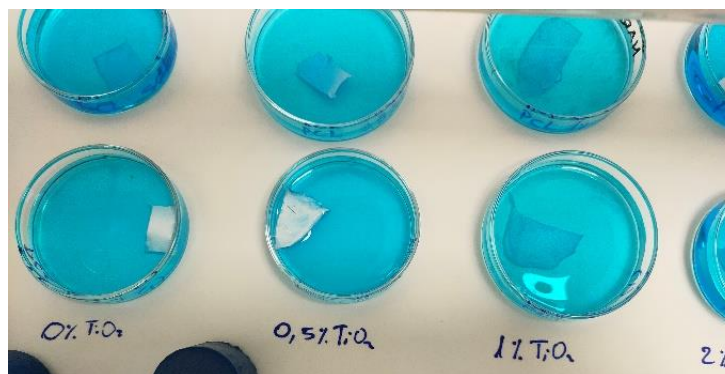


Figura 4-10 Diferentes concentraciones de TiO_2 tratadas con azul de metileno

Absorbancia - Intervalos de tomas					
Muestra	1	2	3	4	5
Blanco	1,072	1,083	1,098	1,124	1,156
0,0% TiO ₂	1,101	1,100	1,044	1,025	0,700
0,5% TiO ₂	1,037	1,035	0,976	0,788	0,181
1,0% TiO ₂	0,987	0,984	0,915	0,624	0,083
2,0% TiO ₂	1,054	0,967	0,985	0,618	0,000

Tabla 6 Datos recogidos de las muestras de TiO₂

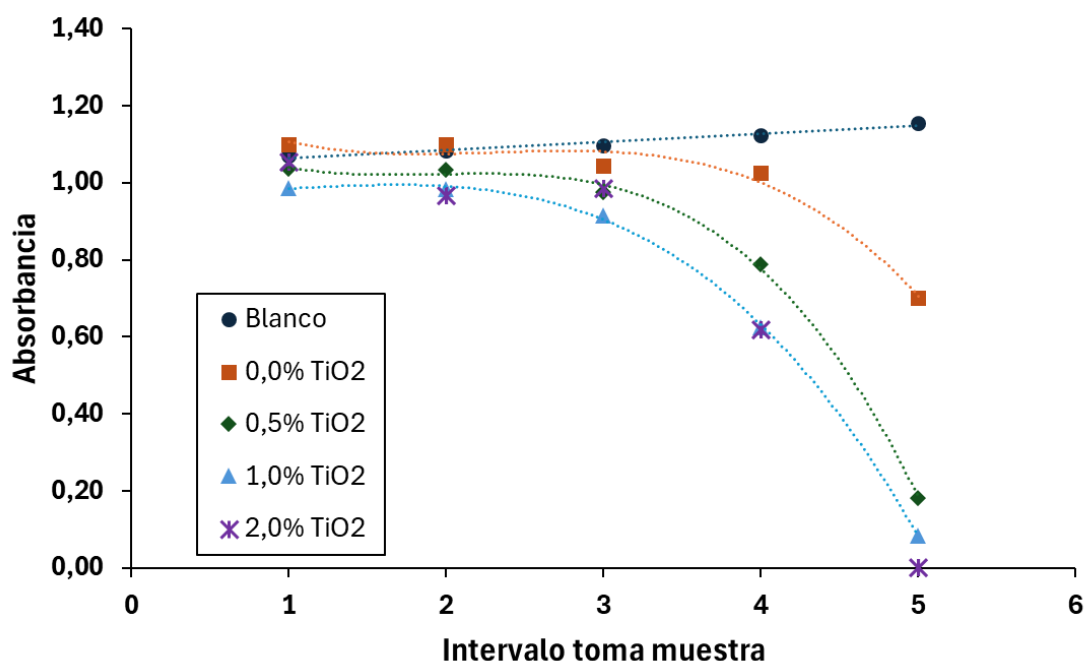


Figura 4-11 Evolución de la capacidad fotocatalítica

En la Figura 4-11 se puede ver la evolución con el tiempo del grado de capacidad fotocatalítica de las muestras, de tal forma que a menor absorbancia mayor cantidad de contaminante se ha conseguido degradar.

Se observa claramente como a mayor porcentaje de TiO₂ en las fibras más rápidamente y con mayor eficacia se elimina el contaminante. A partir de concentraciones de Ti por encima del 0,5 % se puede ver como la tasa de eliminación de contaminante está sobre el 50 % del total al cabo de tan sólo 6 horas (toma 4).

Además, apenas se aprecia diferencia entre las muestras al 1% de Ti y las de 2% de Ti llegando a la casi total eliminación del contaminante a las 24 horas de inserción de las muestras en azul de metileno, sobre en el caso del 2 % de TiO₂.

Para las fibras sin dopaje con TiO₂ se observa una cierta capacidad de eliminación del contaminante, ya que al cabo de 24 horas la absorbancia pasa desde 1,1 a 0,7. Una posible explicación es que el alto volumen de microfibras en la muestra (y por tanto un alto volumen de superficie de contacto) atrapan de forma relativamente eficaz el contaminante presente en el medio.

En la siguiente Tabla 7 se muestra el incremento de masa de las muestras que atrapa el líquido:

Muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)
Blanco	-	-
0,0% TiO ₂	0,014	0,062
0,5% TiO ₂	0,029	0,032
1,0% TiO ₂	0,009	0,118
2,0% TiO ₂	0,026	0,176

Tabla 7 Incremento de la masa de las muestras de los ensayos fotocatalíticos

4.1.4 Ensayos con PCL y nanopartículas de SiO₂

Basándose en los ensayos realizados con las nanopartículas de TiO₂ se ha podido evaluar nuevamente un nuevo rango de mejores condiciones de procesamiento. Con todo ello se ha procedido a continuación al dopaje del PCL con nanopartículas de SiO₂ con el objeto de obtener fibras que por un lado adquieran propiedades ignífugas, y por otro mejoren sus propiedades hidrofóbicas como en el apartado anterior.

Por tanto, se han realizado ensayos en los que se ha procedido a añadir a las disoluciones que presentaban un 10 % y un 15 % de PCL un pequeño porcentaje de dióxido de silicio en porcentajes de 1 %, 2% y 4 % en peso. Basándonos en los ensayos experimentales anteriores empleando únicamente PCL se han escogido los siguientes parámetros recogidos en la Tabla 8 para la fabricación de fibras de PCL dopadas con nanopartículas de SiO₂.

Ensayo	% SiO ₂ + % PCL	Voltaje (kV)	Distancia (mm)	Caudal (mL/h)	Vol. Bombeado (μL)	Temperatura (°C)	Humedad relativa (%)
45	1 % SiO ₂ + 15 % PCL	15	150	10	600	19,3	74
46		20	150	10	150	19,3	74
47		25	150	10	140	19,3	74
48		20	150	5	600	19,3	74
49	2 % SiO ₂ + 15 % PCL	15	150	10	600	19,3	74
50		20	150	10	-	19,3	74
51		25	150	10	-	19,3	74
52		20	150	5	-	19,3	74
53	4 % SiO ₂ + 15 % PCL	15	150	10	-	19,3	74
54		20	150	10	-	19,3	74
55		25	150	10	-	19,3	74
56		20	150	5	-	19,3	74
57	0,5 % SiO ₂ + 10 % PCL	15	150	5	600	17,3	70
58		20	150	5	600	17,3	70
59		15	150	10	600	17,3	70
60	1 % SiO ₂ + 10 % PCL	15	150	5	600	17,3	70
61		20	150	5	600	17,3	70
62		15	150	10	600	17,3	70

Tabla 8 Ensayos mezclados con PCL y nanopartículas de SiO₂

Para concentraciones de SiO₂ por encima del 2% se han tenido muchas dificultades para la realización de los ensayos (ensayos del 50 hasta el 56), han resultado en un fracaso debido a la alta viscosidad presentada en la solución. Además, en el caso del 4% de SiO₂, ha sido imposible poner la misma mezcla en la jeringa de la bomba de inyección por la alta viscosidad que presentaba.

Analizando las imágenes obtenidas a nivel microscópico de las muestras se puede suponer una distribución uniforme y homogénea de las nanopartículas a lo largo de la superficie debido a los cambios de tonalidad y color observados en las fibras no dopadas.

Para resolver el problema de la viscosidad que presentaban las soluciones se intentó incrementar la temperatura y la velocidad de giro del agitador magnético, con la finalidad de conseguir disolver adecuadamente la mezcla en acetona, y tener viscosidades menores. Sin embargo, las mezclas obtenidas seguían presentado una muy alta viscosidad haciendo imposible su uso como material precursor.

Las muestras de sílice muestran las mismas características morfológicas que las de titanio, lo que variará serán sus propiedades químicas e hidrofóbicas que se explicarán en los apartados siguientes.

En la Tabla 9 se muestran gráficamente las diferencias entre las muestras dopadas con aquellas que presentan un 15 % en peso de PCL, que siguen los mismos parámetros de procedimiento:

Parámetros	Fibras PCL dopadas de nanopartículas SiO ₂	Fibras PCL
1 % wt SiO ₂ + 15 %PCL kV 10 mL/h 150 mm 20 kV		
2 % wt SiO ₂ + 15 %PCL kV 10 mL/h 150 mm 20 kV		

Tabla 9 Comparación de la formación de fibras entre las dopadas de nanopartículas de SiO₂ y PCL

4.1.4.1 Propiedades hidrofóbicas

Las muestras del SiO₂ que han sido estudiadas presentan una alta permeabilidad frente a las muestras de PCL, en todos los parámetros del proceso que se han ido variando entre ensayos. No obstante, las muestras que sólo tienen PCL muestran una mayor hidrofobicidad.

Como se muestra en la Figura 4-12, se puede observar como en los ensayos de SiO₂ la gota de agua destilada depositada en la superficie de las muestras tiende a presentar un ángulo deseado mayor o igual que 90°, similares a los ensayos que sólo tiene PCL.

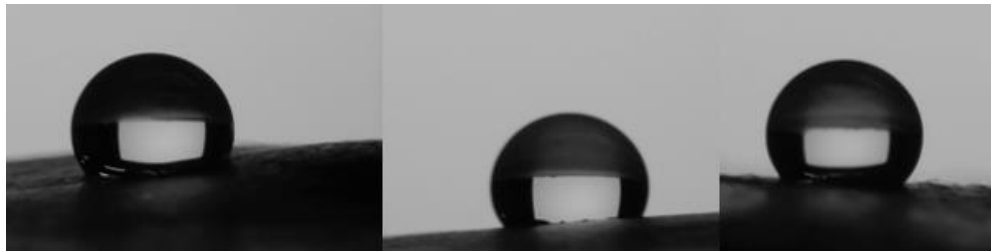


Figura 4-12 Ensayos 45, 49 y 19, de izquierda a derecha, respectivamente

4.1.5 Medición del ángulo de contacto

Para la medición del ángulo de contacto entre las fibras obtenidas y el líquido, solamente se han realizado ensayos de caracterización de aquellos tejidos que se han considerado válidos tanto por su comportamiento durante la realización del proceso, como por la posibilidad de poder separarlos fácilmente del colector.

Ensayo	Ángulo izq. (°)	Ángulo der. (°)	Ángulo medio (°)	Solución polimérica
10	136,33	125,66	130,99	10%PCL
11	153,25	133,91	143,58	
15	154	139,86	146,93	
16	127,97	106	116,98	
18	107,29	109,21	108,25	15%PCL
19	112,16	110,1	111,13	
21	70,77	68,75	69,76	
22	94,11	98,67	96,39	
23	91,7	90,6	91,15	
24	76,29	83,43	79,78	
33	130	130	130,00	0,5% Ti+ 15%PCL
34	95,73	112,04	103,89	
35	99,14	106,96	103,05	
36	93,03	90,14	91,59	
37	135,71	127,5	131,60	1%Ti+15%PCL
38	115,11	99,32	107,21	
39	108,28	111,89	110,08	
40	91,07	86,5	88,78	
41	136,25	131,83	134,04	2%Ti+15%PCL
42	107,01	107,06	107,04	
43	55,61	57,81	56,71	
44	90,55	64,49	77,52	
45	129,98	124,78	127,38	1 % SiO ₂ + 15 % PCL
49	124,19	131,73	127,96	2 % SiO ₂ + 15 % PCL
58	134,23	132,56	133,39	0,5 % SiO ₂ + 10 % PCL
60	125,67	129,34	127,50	1 % SiO ₂ + 10 % PCL

Tabla 10 Ángulos de contacto de una gota de agua de 7 μ L en la superficie de los tejidos

Como se puede apreciar en la

Tabla 10, la mayoría de los tejidos muestran un comportamiento hidrofóbico salvo en algunos casos. Esto puede ser debido a que la concentración de las fibras se ha dispersado en un área más grande que el resto durante la realización del ensayo.

Las concentraciones que tienen un peor comportamiento hidrofóbico son las que presentan nanopartículas de TiO₂ en las disoluciones de PCL. Por el otro lado, las fibras que mejor comportamiento hidrofóbico son aquellas muestras que sólo presentan PCL. No obstante, cabe reseñar que los tejidos de PCL dopadas con nanopartículas de SiO₂ también disponen de unas excelentes características impermeables (véase Figura 4-13).

Cabe señalar que en ciertas ocasiones el software empleado para la medición de estos ángulos de contacto mostraba errores en los datos representados. Esto puede ser debido a la ocultación de algún trozo de tejido sobre la gota de agua, obstaculizando la cámara. La manipulación del tejido resultaba

compleja ya que al estar cargada electrostáticamente y no disponer de un gran grosor, podía llegar incluso a romperse.



Figura 4-13 Imágenes captadas por el sistema "Ossila"

4.1.6 Caracterización química de las muestras

En cuanto a la composición química de las muestras, el análisis por FTIR viene a confirmar (Figura 4-14, Figura 4-15, Figura 4-16) la presencia de PCL en todas las muestras, con los picos característicos de este material tal y como está ampliamente referenciado en la literatura [33] [34], con picos principales en torno a las posiciones 2950 cm^{-1} , 1730 cm^{-1} y 1293 cm^{-1} , aparte de otros secundarios.

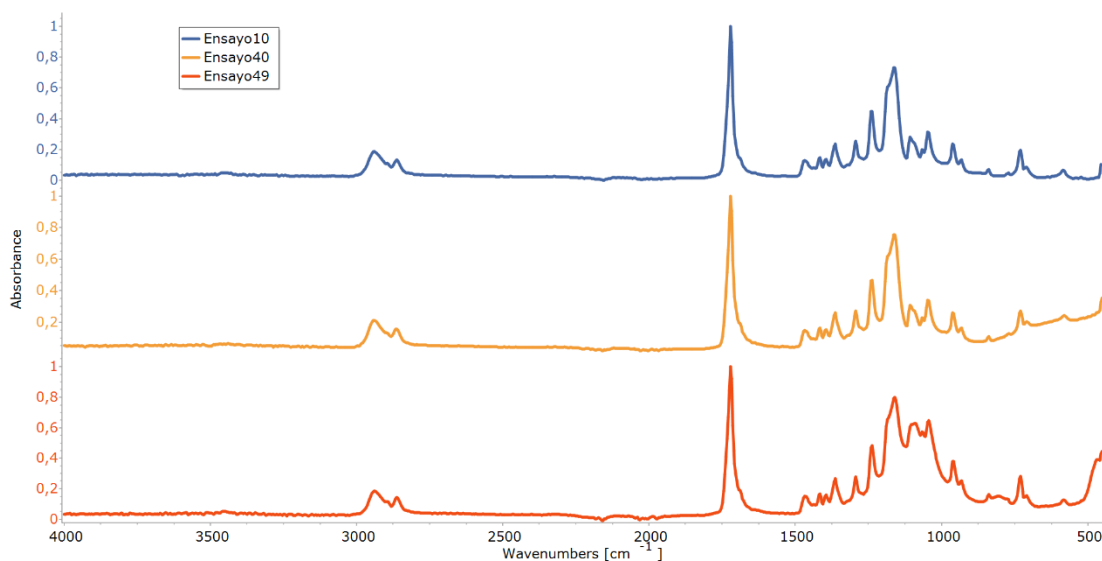


Figura 4-14 Espectro FTIR muestras de PCL. Ensayo 10 (10 %wt PCL, sin dopaje), ensayo 40 (10 % wt PCL con 1% de nanopartículas de TiO_2), ensayo 49 (10 % wt PCL con 2% de nanopartículas de SiO_2)

En la se comparan los espectros de fibras con distinto porcentaje de nanopartículas de TiO_2 añadidas a la base de PCL. Si bien con esta técnica no se puede detectar la presencia de Ti, si es cierto que al aumentar el porcentaje de TiO_2 se aprecia un aumento en la absorbancia en el límite inferior de sensibilidad del dispositivo, lo cual se podría asociar a un incremento en el número de nanopartículas de TiO_2 presentes en las fibras fabricadas.

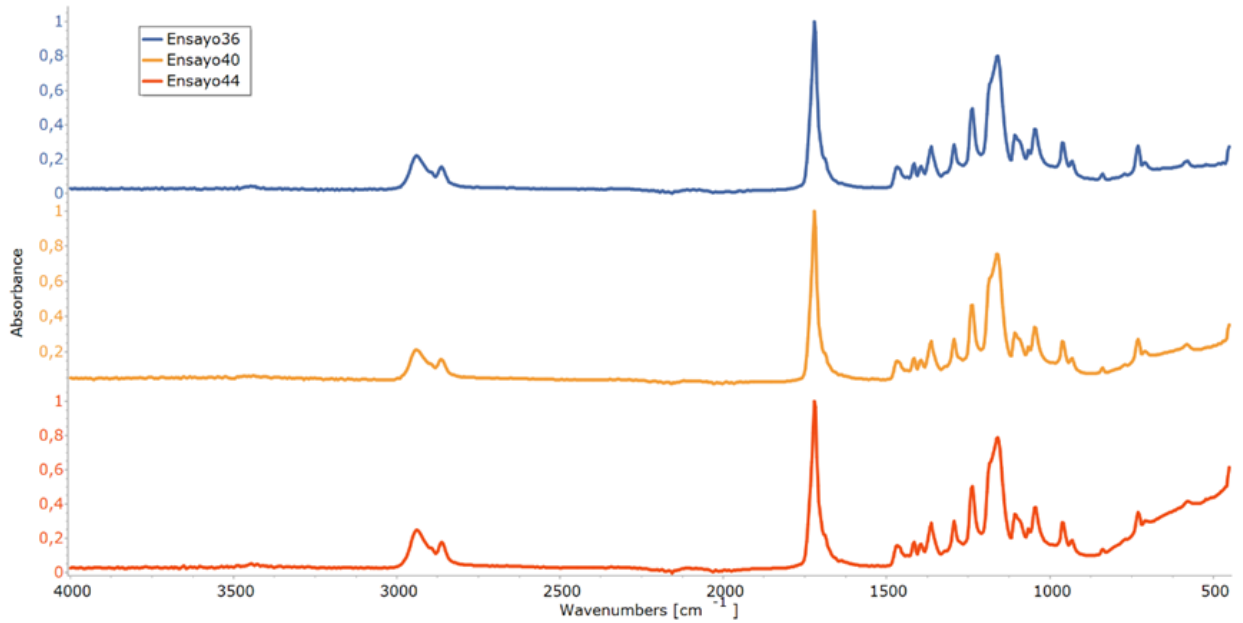


Figura 4-15 Espectro FTIR muestras de PCL con dopaje de TiO_2 . Ensayo 36 (15 % wt PCL, sin dopaje), ensayo 40 (15 % wt PCL con 1% de nanopartículas de TiO_2), ensayo 44 (10 % PCL con 2% de nanopartículas de TiO_2)

En cuanto al dopaje de las fibras con nanopartículas de SiO_2 (Figura 4-16), correspondientes con los ensayos 45, 49 y 60, se pueden apreciar picos característicos de la presencia de SiO_2 en las muestras [35]. Se pueden identificar bandas de absorción asignadas a Si-O-Si en 1101 cm^{-1} y 801 cm^{-1} , Si-OH en 947 cm^{-1} , y Si-O en 470 cm^{-1} .

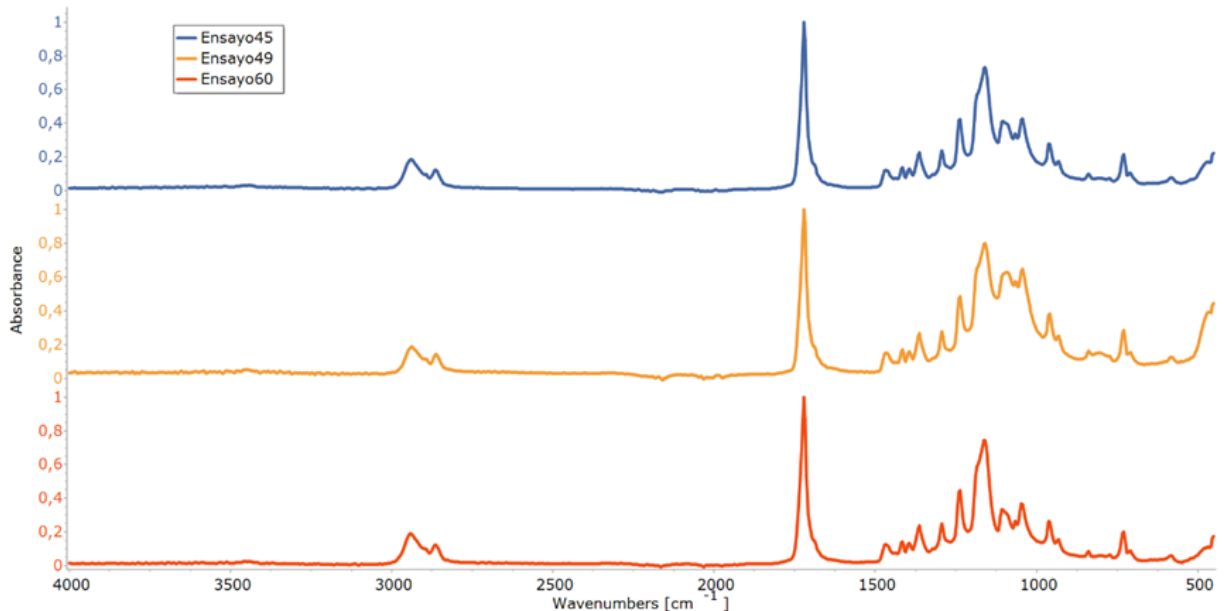


Figura 4-16 Espectro FTIR muestras de PCL con dopaje de SiO_2 . Ensayo 45 (15 % wt PCL, sin dopaje), ensayo 49 (15 % wt PCL con 2% de nanopartículas de SiO_2), ensayo 60 (10 % wt PCL con 1% de nanopartículas de SiO_2)

5 CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

5.1 Resumen de las muestras obtenidas

Tras la obtención de todos los tejidos propuestos con los parámetros establecidos utilizando la técnica de electrofibrado, se obtienen un total de 61 ensayos de los tomaba un tiempo para cada uno de ellos una media de aproximadamente 7 minutos, dependiendo de la velocidad de salida en la que el polímero salía de la aguja. Esto indica que es un proceso lento, que requiere de paciencia y corrección sobre la marcha del proceso, en aquellos momentos en los que pueden ocurrir accidentes como la aparición de arcos eléctricos.

Como se ha comentado anteriormente en el apartado 4.1.2, aquellos ensayos que muestran un caudal de 1 mL/h se han tenido que descartar, debido a que, por su baja velocidad, antes de caer el material en el colector, se quedaba solidificado en la aguja y el material que conseguía caer no llegaba a cumplir con los requisitos de obtener unas fibras eficientes para su análisis.

También se han tenido que descartar los ensayos que presentaban un 20 % en peso de PCL debido a su viscosidad. En un posible caso, las fibras podrían salir de forma eficaz incluso con mejores propiedades, si se pudiera aumentar el voltaje. No obstante, por medidas de seguridad no se ha podido proseguir con la investigación de este tipo de muestras con dicha concentración.

El número de ensayos que presentan unas correctas propiedades son numerosas, aunque no en todas se podía observar un normal funcionamiento del proceso de fabricación, ya que se han podido observar casos en los que, entre otros, la bomba de infusión dejaba de funcionar para cumplir parámetros de seguridad de su propio software, debido a la resistencia que ofrecían las disoluciones muy viscosas.

En ningún ensayo del 5% se podía separar la muestra obtenida del aluminio que funcionaba como colector del sistema, por lo que no se ha podido medir el ángulo de contacto de superficie para analizar sus propiedades hidrofóbicas, a pesar de que muestren una organización homogénea y ordenada de las fibras en el tejido fabricado.

Por lo general, los resultados muestran que, con los parámetros y concentraciones empleadas, indican una alta capacidad impermeable, óptimo para incluir dichos tejidos a los ya existentes uniformes militares de campaña.

Los tejidos son lo suficientemente finos y flexibles como para poder proporcionar un mayor nivel de comodidad y libertad de movimiento al personal que porte las fibras.

Las muestras presentan propiedades de absorción y evaporación de humedad suficientes como para poder ayudar a la comodidad de la sequedad del personal en largos períodos de trabajo que incluya una actividad física intensa.

5.2 Líneas futuras

En cuanto a las posibles líneas futuras de la investigación sobre la fabricación de fibras de rango micrométrico mediante electrofibrado, caben mencionar: el análisis más detallado con equipos y medios tecnológicamente más avanzados para comprender mejor el comportamiento y la estructura de las fibras; pruebas de resistencia ignífuga sobre las muestras; aplicaciones específicas a otros campos; el estudio mecánico y durabilidad de las fibras.

Se podría profundizar en estudios de interacción entre el polímero y el disolvente de la solución resultante, y analizar las propiedades de las muestras resultantes. Esto puede ayudar a la investigación de nuevos materiales y aditivos para mejorar la solubilidad del polímero y la estabilidad de la solución en el proceso. Se podrían desarrollar modelos informáticos que simulen el proceso de electrohilado, para predecir el efecto de los diferentes parámetros en las características de las muestras, para ahorrarse todo el tiempo, material y procedimientos de seguridad que se ha de seguir si se realiza físicamente en un laboratorio.

En cuanto a las pruebas de resistencia ignífuga para las muestras obtenidas, se podría investigar el uso de aditivos ignífugos en la solución polimérica. Estos pueden incluir compuestos que retrasen la combustión que promuevan la formación de una capa protectora en la superficie de las fibras cuando están expuestas al fuego. Además, también se pueden realizar estudios del comportamiento de las muestras antes pruebas específicas frente a diferentes condiciones de llama, siendo exposición directa o a altas temperaturas. Finalmente, evaluar las propiedades de las muestras cuando estas son expuestas al fuego, pudiendo realizarse ensayos de resistencia mecánica.

Un estudio sobre los distintos tipos de colectores, tanto dinámicos como estáticos, podría mejorar la uniformidad y homogeneidad de las fibras. La forma de los colectores estáticos, como por ejemplo un aro de material conductor, también pueden mejorar las propiedades de las fibras.

Explorar las aplicaciones del electrofibrado en otros campos de aplicación puede abrir nuevas oportunidades para su utilización en diversas funciones, desde la medicina regenerativas hasta la filtración de agua y el desarrollo de dispositivos electrónicos flexibles.

Para concluir, se podría realizar el estudio mecánico y la evaluación de la durabilidad de las fibras producidas para garantizar su eficacia en los distintos campos de aplicación, ayudando a mejorar la calidad y la fiabilidad de las muestras, contribuyendo así al avance de áreas importantes como la ingeniería de materiales, la fabricación de dispositivos y la biomedicina.

6 BIBLIOGRAFÍA

- [1] M. A. Robles-García, R.-F. Francisco, E. Márquez-Ríos, A. Barrera-Rodríguez, J. Aguilar-Martínez, y C. L. Del toro-Sánchez, «APLICACIONES BIOMÉDICAS, TEXTILES Y ALIMENTARIAS DE NANOESTRUCTURAS ELABORADAS POR ELECTROHILADO», *BIOtecnia*, vol. 16, n.º 2, p. 44, ago. 2014, doi: 10.18633/bt.v16i2.46.
- [2] D. de Cádiz, «Armada: Así será el nuevo despliegue del Grupo Dédalo, con cuatro buques de Rota e infantes de Marina de San Fernando», *Diario de Cádiz*. Accedido: 17 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: https://www.diariodecadiz.es/noticias-provincia-cadiz/Armada-nuevo-despliegue-grupo-Dedalo-buques-infantes-marina_0_1831617761.html
- [3] «FACT SHEET: Obama Administration Announces New Revolutionary Fibers and Textiles Manufacturing Innovation Hub in Cambridge, MA and New Report on \$2 Billion in Manufacturing R&D Investments | whitehouse.gov». Accedido: 18 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://obamawhitehouse.archives.gov/the-press-office/2016/04/01/fact-sheet-obama-administration-announces-new-revolutionary-fibers-and>
- [4] «Melt Blown Process - an overview | ScienceDirect Topics». Accedido: 18 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/melt-blown-process>
- [5] Unknown, «FIBRAS SINTÉTICAS 1: TEFLON», *FIBRAS SINTÉTICAS 1*. Accedido: 18 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: https://fibrologia.blogspot.com/2013/04/teflon_8.html
- [6] «Microcurso “Fabricación de tejidos artificiales mediante ingeniería tisular”», CEEBI. Accedido: 18 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://biociencias.es/actividad/microcurso-fabricacion-de-tejidos-artificiales-mediante-ingenieria-tisular-2/>
- [7] M. F. Sarmiento-Gaviria, N. Escobar-Mora, L. M. Hoyos-Palacio, y E. E. Espinel-Blanco, «Síntesis y caracterización mecánica de una nanofibra no tejida por la técnica de electrohilado», *DYNA*, vol. 86, n.º 209, pp. 64-72, 2019.
- [8] D. M. El-Newehy, «Electrospinning; Historical Background, Fabrication and Applications».
- [9] «Imagen esquemática 3d de electrospinning (giro: ilustración de stock 1833225445», Shutterstock. Accedido: 18 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://www.shutterstock.com/es/image-illustration/electrospinning-espinning-3d-rendered-schematic-image-1833225445>
- [10] T. Halaye, «El mercado de equipos de electrohilado de nanofibras superará los 1.19 mil millones de dólares para 2030, creciendo a una tasa compuesta anual del 15.20%: informe de Exactitude Consultancy», Exactitude Consultancy. Accedido: 25 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://exactitudeconsultancy.com/es/blog/2023/11/30/equipo-de-electrohilado-de-nanofibras/>

- [11] «¿Cómo funcionan los métodos de electrohilado para fabricación de fibras poliméricas?», Interempresas. Accedido: 9 de abril de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://www.interempresas.net/Plastico/Articulos/462990-Como-funcionan-los-metodos-de-electrohilado-para-fabricacion-de-fibras-polimericas.html>
- [12] P. Ramesh Kumar, N. Khan, S. Vivekanandhan, N. Satyanarayana, A. K. Mohanty, y M. Misra, «Nanofibers: Effective Generation by Electrospinning and Their Applications», *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 12, n.º 1, pp. 1-25, ene. 2012, doi: 10.1166/jnn.2012.5111.
- [13] «Universitat Politècnica De València - 2014 - Universitat Politècnica de València.pdf». Accedido: 18 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/184145/Minguez%20-%20Adhesion%20de%20nanofibras%20a%20distintos%20tejidos%20de%20calada.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- [14] E. Universitat Politècnica De València, «Universitat Politècnica de València», *Ing. Agua*, vol. 18, n.º 1, p. ix, sep. 2014, doi: 10.4995/ia.2014.3293.
- [15] «Constante Dieléctrica, conceptos fundamentales | Electricistas.cl». Accedido: 19 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://electricistas.cl/constante-dielectrica-conceptos-fundamentales/>
- [16] O. Dieste, F. Quintero, J. Pou, F. Lusquiños, y A. Riveiro, «Influence of the working conditions on nanofiber diameters obtained by laser spinning», *Appl. Phys. A*, vol. 104, n.º 4, pp. 1217-1222, sep. 2011, doi: 10.1007/s00339-011-6415-z.
- [17] J. P. K. Seville, C. D. Willett, y P. C. Knight, «Interparticle forces in fluidisation: a review», *Powder Technol.*, vol. 113, n.º 3, pp. 261-268, dic. 2000, doi: 10.1016/S0032-5910(00)00309-0.
- [18] «Fig. 5. Different types of static (A–C) and dynamic (D–I) collectors.», ResearchGate. Accedido: 4 de abril de 2024. [En línea]. Disponible en: https://www.researchgate.net/figure/Different-types-of-static-A-C-and-dynamic-D-I-collectors_fig1_224822656
- [19] K. Kannan *et al.*, «Polycyclic musk compounds in higher trophic level aquatic organisms and humans from the United States», *Chemosphere*, vol. 61, n.º 5, pp. 693-700, nov. 2005, doi: 10.1016/j.chemosphere.2005.03.041.
- [20] L. Gonzalez-Gil *et al.*, «Biotransformation of organic micropollutants by anaerobic sludge enzymes», *Water Res.*, vol. 152, pp. 202-214, abr. 2019, doi: 10.1016/j.watres.2018.12.064.
- [21] «Purchase Why are organic micropollutants not fully biotransformed? A mechanistic modelling approach to anaerobic systems | ScienceDirect». Accedido: 4 de abril de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/getaccess/pii/S0043135418304044/purchase>
- [22] S. M. Camargo-Silva, E. Muñoz Prieto, R. Vera Graziano, y E. Y. Gómez Pachón, «Fabricación de nanofibras de TiO₂/ZnO para aplicaciones de almacenamiento de energía», *Orinoquía*, vol. 21, n.º Extra 1, pp. 56-63, 2017.
- [23] S. Agarwal, J. H. Wendorff, y A. Greiner, «Use of electrospinning technique for biomedical applications», *Polymer*, vol. 49, n.º 26, pp. 5603-5621, dic. 2008, doi: 10.1016/j.polymer.2008.09.014.
- [24] «Moisture barrier layer with supplemental chemical and biological protective functionality for firefighting clothing applications - Mahipal Meena, Anjlina Kerketta, Manorama Tripathi, Prasun Roy, Josemon Jacob, 2022». Accedido: 18 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://journals.sagepub.com/doi/full/10.1177/15280837211073360>
- [25] «PCL | Policaprolactona - Polímeros termoplásticos, elastómeros y aditivos». Accedido: 19 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://www.mexpolimeros.com/pcl.html>
- [26] «Snapshot». Accedido: 18 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://www.shutterstock.com/es/image-illustration/electrospinning-espining-3d-rendered-schematic-image-1833225445>
- [27] «Schematic views of superhydrophilic, hydrophilic, hydrophobic, and... | Download Scientific Diagram». Accedido: 8 de abril de 2024. [En línea]. Disponible en:

https://www.researchgate.net/figure/Schematic-views-of-superhydrophilic-hydrophilic-hydrophobic-and-superhydrophobic_fig4_311559419

- [28] N. Nuraje, W. S. Khan, Y. Lei, M. Ceylan, y R. Asmatulu, «Superhydrophobic electrospun nanofibers», *J. Mater. Chem. A*, vol. 1, n.º 6, pp. 1929-1946, ene. 2013, doi: 10.1039/C2TA00189F.
- [29] «Contact Angle Goniometer | Low Price Measurement», Ossila. Accedido: 3 de abril de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://www.ossila.com/products/contact-angle-goniometer>
- [30] «JOANLAB M Series Half Autoclavable Micropipette». Accedido: 3 de abril de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://www.joanlab.com/product/Pipette-M.html>
- [31] N. Xu, Z. Shi, Y. Fan, J. Dong, J. Shi, y M. Z.-C. Hu, «Effects of Particle Size of TiO₂ on Photocatalytic Degradation of Methylene Blue in Aqueous Suspensions», *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 38, n.º 2, pp. 373-379, feb. 1999, doi: 10.1021/ie980378u.
- [32] «PerkinElmer Lambda XLS». Accedido: 4 de abril de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://knowledge.cphnano.com/en/pages/perkinelmer-lambda-xls-uv-vis-spectrophotometer>
- [33] T. Elzein, M. Nasser-Eddine, C. Delaite, S. Bistac, y P. Dumas, «FTIR study of polycaprolactone chain organization at interfaces», *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 273, n.º 2, pp. 381-387, may 2004, doi: 10.1016/j.jcis.2004.02.001.
- [34] A. Benkaddour, K. Jradi, S. Robert, y C. Daneault, «Grafting of Polycaprolactone on Oxidized Nanocelluloses by Click Chemistry», *Nanomaterials*, vol. 3, n.º 1, pp. 141-157, mar. 2013, doi: 10.3390/nano3010141.
- [35] Y. Liang, J. Ouyang, H. Wang, W. Wang, P. Chui, y K. Sun, «Synthesis and characterization of core-shell structured SiO₂@YVO₄:Yb³⁺,Er³⁺ microspheres», *Appl. Surf. Sci.*, vol. 258, n.º 8, pp. 3689-3694, feb. 2012, doi: 10.1016/j.apsusc.2011.12.006.

ANEXO I: IMPLICACIONES SOCIALES, Y/O ECONÓMICAS, Y/O AMBIENTALES

Los ensayos realizados en el laboratorio y el posterior uso de la máquina de electrohilado para la fabricación de distintas fibras conllevan diversos riesgos y de distintas consecuencias. Dichos riesgos se encuentran presentes en las propiedades de los productos que se han empleado para la preparación de las soluciones poliméricas, que pueden llegar a resultar inflamables o nocivos. Además, aparecen otros riesgos en relación con la maquinaria empleada y operaciones que tienen lugar en el proceso.

Es por ello por lo que resulta de gran importancia manejar dichas soluciones con especial cuidado a la hora de manipularlas, utilizando las cantidades mínimas imprescindibles de forma intermitente, implementando medidas preventivas asegurando y garantizando una obtención adecuada y de calidad de las fibras producidas.

A pesar de que las nanopartículas no presentan ningún riesgo por su composición química, sí que lo tienen por su reducido tamaño, ya que al no ser filtrados por nuestro organismo y pasar directamente a él al ser respirados, son perjudiciales para la salud humana. Por tanto, se deben emplear mascarillas al tratar con dichas composiciones y batas de laboratorio para evitar la exposición a ellos de manera continuada.

Peligros/riesgos	Mitigaciones
Líquidos y vapores inflamables que produzcan irritación ocular	Se deben mantener alejadas las muestras de fuentes de calor, chispas o superficies calientes.
	Mantener el recipiente herméticamente cerrado con un película o papel de aluminio.
	Tomar medidas de precaución contra descargas electrostáticas.
Provocación de somnolencia o vértigo	En caso de incendio emplear medios específicos proporcionados por el laboratorio para su extinción.
	En caso de contacto con la piel, lavarse con agua y jabón en abundancia.
	Almacenar muestras en lugares bien ventilados.
Exposición repetida provoca irritación o formación de grietas en la piel	En caso de inhalación, transporta a la persona que se encuentra mal al aire libre fuera del laboratorio.
	En caso de contacto con los ojos, quitar lentes de contacto, si las lleva, y aclarar cuidadosamente durante varios minutos.
	Si persiste la irritación ocular, acudir a los servicios sanitarios.

Tabla 11 Riesgos de las mezclas y medidas a seguir en caso de accidente

Además de conocer correctamente los reactivos con los que se van a tratar, es importante su etiquetado en las distintas probetas de ensayo y vasos donde se realizan las mezclas, y no reutilizar los envases sin retirar la etiqueta con la que se encuentra.

El funcionamiento de las instalaciones necesarias para el electrohilado requiere una cantidad significativa de energía eléctrica, pudiendo contribuir a las emisiones de gases de efecto invernadero en el caso de que la electricidad provenga de fuentes no renovables.

En el presente proyecto se han generado residuos sólidos, como la solidificación de las disoluciones al evaporarse por completo la acetona que se encontraba en ellas o recortes de material como los tubos de teflón o las jeringas con material residual dentro de estas. La gestión inadecuada de estos residuos generados puede presentar efectos negativos en el medio ambiente si no se eliminan o reciclan de manera correcta.

En cuanto al consumo del agua, en algunas etapas del proceso pueden requerir el uso de dicho recurso para la limpieza de los residuos generados anteriormente mencionados o equipos utilizados. No obstante, si se emplea de manera excesiva, puede tener repercusiones negativas en los recursos hídricos locales.

ANEXO II: REFLEXIONES ÉTICAS Y SOCIALES

Para llevar a cabo la tecnología del electrohilado se plantea una serie de consideraciones éticas y sociales que hay que tener en cuenta:

El mayor problema del experimento a tener en cuenta sería el impacto ambiental en la técnica de desarrollo del electrohilado. Se ha observado que el proceso de fabricación destaca por el gran consumo de químicos, energía y la generación de desechos que se dan durante el proceso. Para promover una práctica lo más sostenible posible se debe experimentar una nueva fórmula que reduzca estos impactos y sea lo menos dañina posible.

Así mismo este proceso con productos tóxicos puede poner en riesgo la seguridad de las personas que trabajen en su creación en el laboratorio, poniendo en peligro la salud y seguridad de estos. Se deben asegurar las condiciones de seguridad y mantenimiento de las máquinas, evitándose los accidentes y lesiones.

Desde el comienzo de la técnica del electrohilado, se han llevado a cabo numerosas innovaciones y diferentes aportaciones científicas, es por ello por lo que puede llegar a haber un problema con la patente de este experimento. Es importante garantizar que se respeten los derechos de propiedad intelectual de los inventores y promover la colaboración y el intercambio de conocimientos en beneficio de la sociedad en su conjunto.

En cuanto al impacto social del electrohilado tiene el potencial de transformar industrias y sectores y puede tener un impacto significativo en la sociedad en términos de empleo, economía y calidad de vida. Es necesario analizar cómo estas tecnologías afectan las estructuras sociales y económicas, maximizando los beneficios y minimizando los riesgos para todos los miembros de la sociedad.