



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**CARRERA FÍSICA**

**“ELECTROHILADO (ELECTROSPUN) COMO TÉCNICA PARA  
FABRICAR NANOFIBRAS POLIMÉRICAS DE  
POLIMETILMETACRILATO (PMMA)”**

**Trabajo de Integración Curricular**

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

**FÍSICA**

**AUTORA:** DANIELA FERNANDA BARRIONUEVO CARMILEMA

**DIRECTOR:** Dr. RICHARD WILLIANS PACHACAMA CHOCA Mgs.

Riobamba – Ecuador

2022

**©2022, Daniela Fernanda Barrionuevo Carmilema**

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, DANIELA FERNANDA BARRIONUEVO CARMILEMA, declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular es de mi autoría y que los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otra fuente están debidamente citados y referenciados.

Como autora, asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular. El patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 11 de noviembre del 2022



**Daniela Fernanda Barrionuevo Carmilema**

**060518631-1**

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**CARRERA FÍSICA**

El Tribunal de Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular: Tipo: Proyecto de Investigación, “**ELECTROHILADO (ELECTROSPUN) COMO TÉCNICA PARA FABRICAR NANOFIBRAS POLIMÉRICAS DE POLIMETILMETACRILATO (PMMA)**”, realizado por la señorita: **DANIELA FERNANDA BARRIONUEVO CARMILEMA**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
Mat. Luis Marcelo Cortez Bonilla, MSc. <b>PRESIDENTE DEL TRIBUNAL</b>	 _____	2022-11-11
Dr. Richard Williams Pachacama Choca, Mgs. <b>DIRECTOR DEL TRABAJO DE</b> <b>INTEGRACIÓN CURRICULAR</b>	 _____	2022-11-11
Biof. María Fernanda Heredia Moyano, MSc. <b>MIEMBRO DEL TRIBUNAL</b>	 _____	2022-11-11

## **DEDICATORIA**

El presente trabajo de titulación lo dedico en primer lugar a mi padre celestial por ser mi guía y protector en el transcurso de mi vida.

A mi madre Olga por ser una mujer luchadora que me ha apoyado en todos los sentidos durante estos veintidós años de mi vida y por ser un ejemplo de amor y lucha inalcanzable y me ha dado los recursos necesarios para mi estudio durante todos estos años. A mi padre Ulpiano por ser un hombre muy trabajador, capaz de alcanzar las metas que él se proponga y por el apoyo brindado junto con mi madre para mi preparación profesional inculcándome que siempre debo llegar a la perfección en toda actividad que realice dentro de todos los ámbitos de mi vida. A mis tres tías que han sido un apoyo incondicional en todos los aspectos siempre se han preocupado por cada acontecimiento relevante que pase en mi vida. Muchas gracias a todas las personas que mencioné y también a las personas que no pude mencionar, pero espero que tengan en cuenta que se encuentran en mi corazón y saben que siempre he estado agradecida por todo lo que me han ayudado.

*Daniela*

## **AGRADECIMIENTO**

Agradezco profundamente al Dr. Richard Willians Pachacama Choca y a la Biof. María Fernanda Heredia por su guía, apoyo, acompañamiento y por la confianza brindada en la realización del presente trabajo; sin duda en el tiempo que los he conocido han demostrado ser excelentes profesionales, dignos de admirar.

Mi más sincero agradecimiento a mi querida institución que me ha visto crecer profesionalmente en estos largos años, por brindar una educación de calidad necesaria para desenvolverme en la vida profesional y para el servicio en la sociedad y de mi país.

También expreso mis agradecimientos a la Universidad Experimental YACHAY TECH especialmente a la Escuela de Biología e Ingeniería, a los laboratorios de Física y materiales como también agradezco a la Biof. Caterine Carrasco MSc. Por el apoyo incondicional, como también a los técnicos docentes de los laboratorios especialmente a la Técnico docente Kateryn Pilataxi por el apoyo y guía en el desarrollo experimental de este trabajo.

Extiendo mis agradecimientos a la Facultad de Mecánica de mi linda institución por facilitarme la utilización del Laboratorio de Materiales.

*Daniela*

## ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	ix
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	x
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xi
ÍNDICE DE ABREVIATURAS.....	xii
RESUMEN.....	xiii
ABSTRACT.....	xiv
INTRODUCCIÓN.....	1

### CAPÍTULO I

<b>1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN</b>	
1.1. Planteamiento del Problema .....	3
1.2. Objetivos de la Investigación.....	4
1.2.1. <i>Objetivo General</i> .....	4
1.2.2. <i>Objetivos Específicos</i> .....	4
1.3. Justificación de la investigación.....	4

### CAPÍTULO II

<b>2. MARCO TEÓRICO</b>	
2.1. Referencias Teóricas .....	6
2.1.1. <i>Electrohilado</i> .....	6
2.1.2. <i>Técnicas de electrohilado</i> .....	7
2.1.2.1. <i>Electrohilado por inyección de aguja</i> .....	7
2.1.2.2. <i>Electrohilado coaxial</i> .....	7
2.1.2.3. <i>Electrohilado de doble flujo</i> .....	8
2.1.2.4. <i>Electrohilado por centrifugado</i> .....	9
2.1.3. <i>Fases del proceso de electrohilado</i> .....	9
2.1.3.1. <i>Disolución con carga eléctrica</i> .....	9
2.1.3.2. <i>Aparición del cono de Taylor y filamento</i> .....	9
2.1.3.3. <i>Adelgazamiento del filamento:</i> .....	10
2.1.3.4. <i>Inestabilidad del filamento</i> .....	10

2.1.3.5.	<i>Colecta del filamento:</i> .....	10
2.1.4.	<b>Parámetros del proceso de electrohilado</b> .....	10
2.1.5.	<b>Polímero</b> .....	12
2.1.5.1.	<i>Estructura de los Polímeros</i> .....	12
2.1.5.2.	<i>Estructura química</i> .....	14
2.1.5.3.	<i>Estructura física</i> .....	16
2.1.6.	<b>Polimetilmetacrilato</b> .....	19
2.1.6.1.	<i>Estructura del polimetilmetacrilato</i> .....	19
2.1.6.2.	<i>Propiedades</i> .....	19
2.1.6.3.	<i>Aplicaciones</i> .....	22
2.1.7.	<b>Diclorometano</b> .....	22
2.1.7.1.	<i>Aplicaciones</i> .....	23
2.1.8.	<b>Nanofibras</b> .....	23
2.1.8.1.	<i>Técnicas para la obtención de nanofibras</i> .....	23
2.1.9.	<b>Ángulo de contacto</b> .....	24
2.1.9.1.	<i>Métodos para medir en ángulo de contacto</i> .....	25

### CAPÍTULO III

3.	<b>MARCO METODOLÓGICO</b>	
3.1.	<b>Tipo de investigación</b> .....	27
3.2.	<b>Localización de estudio</b> .....	27
3.3.	<b>Población de estudio</b> .....	28
3.4.	<b>Selección de la muestra</b> .....	28
3.5.	<b>Técnicas de recolección de datos</b> .....	28
3.6.	<b>Metodología utilizada en este estudio</b> .....	28
3.6.1.	<i>Esterilización de los materiales</i> .....	28
3.6.2.	<i>Síntesis de las fibras de PMMA</i> .....	29
3.6.3.	<i>Aplicación del método de Electrospinning</i> .....	30
3.6.3.1.	<i>Funcionamiento del método de Electrospinning</i> .....	30
3.6.4.	<i>Caracterización de las fibras</i> .....	30
3.6.4.1.	<i>Determinación de grupos funcionales mediante espectroscopía de infrarrojo</i> .....	30
3.6.4.2.	<i>Microscopía electrónica de barrido (SEM)</i> .....	31
3.6.4.3.	<i>Ángulo de Contacto</i> .....	32

### CAPÍTULO IV

<b>4.</b>	<b>MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS</b>	
<b>4.1.</b>	<b>Procesamiento, análisis e interpretación de resultados</b>	34
<b>4.1.1.</b>	<i>Caracterización de las nanofibras</i>	34
<b>4.1.1.1.</b>	<i>Determinación de nanofibras de PMMA</i>	34
<b>4.2.</b>	<b>Discusión</b>	34
<b>4.2.1.</b>	<i>Espectroscopia de Infrarrojo de las fibras de polimetilmetacrilato (PMMA)</i>	34
<b>4.2.1.1.</b>	<i>Muestra 1</i>	35
<b>4.2.1.2.</b>	<i>Muestra 2</i>	36
<b>4.2.1.3.</b>	<i>Muestra 3</i>	37
<b>4.2.1.4.</b>	<i>Muestra 4</i>	38
<b>4.2.1.5.</b>	<i>Muestra 5</i>	39
<b>4.2.2.</b>	<i>Análisis SEM (Microscopía electrónica de barrido)</i>	40
<b>4.2.2.1.</b>	<i>Muestra 1</i>	40
<b>4.2.2.2.</b>	<i>Muestra 2</i>	41
<b>4.2.2.3.</b>	<i>Muestra 3</i>	43
<b>4.2.2.4.</b>	<i>Muestra 4</i>	44
<b>4.2.2.5.</b>	<i>Muestra 5</i>	45
<b>4.2.3.</b>	<i>Estudio del Ángulo de Contacto</i>	46
	<b>CONCLUSIONES</b>	49
	<b>RECOMENDACIONES</b>	50
	<b>GLOSARIO</b>	
	<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	
	<b>ANEXOS</b>	

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1-2.</b> Parámetros del proceso de electrohilado.....	11
<b>Tabla 2-2.</b> Polímeros de adición usados frecuentemente. ....	13
<b>Tabla 3-2.</b> Estado de agregación de una cadena de alcanos de la misma estructura química y peso molecular creciente. ....	15
<b>Tabla 4-2.</b> Temperatura de transición vítrea y de fusión de polímeros de uso frecuente.....	18
<b>Tabla 5-2.</b> Propiedades del Polimetilmetacrilato (PMMA).....	21
<b>Tabla 6-2.</b> Propiedades del Diclorometano (DCM) .....	22
<b>Tabla 7-3.</b> Coordenadas de la Universidad Yachay Tech .....	27
<b>Tabla 8-3.</b> Síntesis de las fibras de PMMA.....	29
<b>Tabla 9-3.</b> Proceso del método de Electrospinning.....	30
<b>Tabla 10-3.</b> Método para determinar grupos funcionales por espectroscopía de infrarrojo.....	31
<b>Tabla 11-3.</b> Procedimiento para el uso del SEM.....	32
<b>Tabla 12-3.</b> Procedimiento para determinar el ángulo de contacto.....	33
<b>Tabla 13-4.</b> Variables obtenidas de las 5 muestras de nanofibras de PMMA.....	34
<b>Tabla 14-4.</b> Ángulo y diámetro de 12 fibras de SEM (Muestra1).....	41
<b>Tabla 15-4.</b> Ángulo y diámetro de 12 fibras de SEM (Muestra 2).....	42
<b>Tabla 16-4.</b> Ángulo y diámetro de 12 fibras de SEM (Muestra 3).....	43
<b>Tabla 17-4.</b> Ángulo y diámetro de 12 fibras de SEM (Muestra 4).....	44
<b>Tabla 18-4.</b> Ángulo y diámetro de 12 fibras de SEM (Muestra 5).....	46

## ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

<b>Ilustración 1-2:</b> Sistema representativo .....	6
<b>Ilustración 2-2:</b> Electrospinning por inyección de aguja .....	7
<b>Ilustración 3-2:</b> Electrospinning coaxial.....	8
<b>Ilustración 4-2:</b> Electrohilado de doble flujo.....	8
<b>Ilustración 5-2:</b> Electrohilado por centrifugado .....	9
<b>Ilustración 6-2:</b> Polímero.....	12
<b>Ilustración 7-2.</b> Polimerización del etileno.....	13
<b>Ilustración 8-2:</b> Configuración $sp^3$ de la molécula de polietileno. ....	14
<b>Ilustración 9-2:</b> a) Polímero lineal sin ramificaciones; b) Con ramificaciones cortas; con.....	115
<b>Ilustración 10-2.</b> Configuraciones atáctico, isotáctico y sindiotáctico.....	16
<b>Ilustración 11-2:</b> a) Sistemas amorfos; b) Semicristalino; c) Cristalino.....	16
<b>Ilustración 12-2.</b> Variación del volumen específico en función de la temperatura para.....	17
a) Polímero cristalino; b) Polímero amorfo.....	17
<b>Ilustración 13-2.</b> Polimerización del polimetilmetacrilato. ....	19
<b>Ilustración 14-2.</b> Nanofibras por el método de electrohilado. ....	24
<b>Ilustración 15-2.</b> Representación del ángulo de contacto. ....	24
<b>Ilustración 16-2.</b> Ángulo de contacto estático en función del tiempo. ....	25
<b>Ilustración 17-2.</b> Ángulo de contacto dinámico en función del tiempo.....	25
<b>Ilustración 18-3.</b> Ubicación de la Universidad de Yachay, provincia de Imbabura, cantón San .....	27
Miguel de Urucuquí. ....	27
<b>Ilustración 19-4.</b> Muestra 1 en FTIR .....	35
<b>Ilustración 20-4.</b> Muestra 2 en FTIR .....	36
<b>Ilustración 21-4.</b> Muestra 3 en FTIR .....	37
<b>Ilustración 22-4.</b> Muestra 4 en FTIR .....	38
<b>Ilustración 23-4.</b> Muestra 5 en FTIR .....	39
<b>Ilustración 24-4.</b> Muestra 1 en SEM.....	40
<b>Ilustración 25-4.</b> Muestra 2 en SEM.....	41
<b>Ilustración 26-4.</b> Muestra 3 en SEM .....	43
<b>Ilustración 27-4.</b> Muestra 4 en SEM.....	44
<b>Ilustración 28-4.</b> Muestra 5 en SEM.....	45
<b>Ilustración 29-4.</b> Ángulos de contacto de las muestras 1, 2, 3, 4 y 5.....	47

## **ÍNDICE DE ANEXOS**

**ANEXO A:** EQUIPOS Y MATERIALES

**ANEXO B:** REACTIVOS

**ANEXO C:** FIBRAS DE PMMA OBTENIDAS MEDIANTE ELECTROSPINNING

**ANEXO D:** MEDICIÓN DE LAS FIBRAS CON IMAGEJ

## ÍNDICE DE ABREVIATURAS

<b>NF:</b>	Nanofibras
<b>PMMA:</b>	Polimetilmetacrilato
<b>Nm:</b>	Nanómetro
<b>FTIR:</b>	Espectrómetro Infrarrojo con transformadas de Fourier
<b>g:</b>	Gramos
<b>ml:</b>	Mililitros
<b>L:</b>	Litros
<b>°C:</b>	Grados centígrados
<b>Rpm:</b>	Revoluciones por minuto
<b>Mol:</b>	Moles
<b>pH:</b>	Potencial hidrógeno
<b>min:</b>	Minutos
<b>h:</b>	Hora

## RESUMEN

El estudio buscó utilizar la técnica de electrohilado (electrospun) con el objetivo de fabricar nanofibras de Polimetilmetacrilato (PMMA), para lo cual se preparó una solución polimérica con una concentración de 2g de PMMA en 10ml de Diclorometano la misma que se llevó a un proceso de agitación a una temperatura de 60°C durante 6 horas a 600 revoluciones por minuto (RPM), al finalizar el proceso se obtuvo una solución transparente con baja viscosidad. En el transcurso de tres días se utilizó el equipo de electrohilado Spraybase Syringe Pump A-0004-0001-01, obteniendo dos muestras en el primer y segundo día y una muestra en el tercer día, posteriormente las muestras obtenidas fueron introducidas dentro de una jeringa cuyo diámetro interno fue de 15.9 cm, los resultados que se obtuvieron mediante un voltaje variable en el día 1 fueron 15.97, 12.57, en el día 2, 12.57, 5.39 y en el día 3, 8.61 kV, las fibras obtenidas se recogieron en papel aluminio consiguiendo 5 muestras, las fibras obtenidas se caracterizaron mediante dos métodos que son: Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) confirmando la presencia de grupos funcionales propios del polímero utilizado PMMA y el diclorometano y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), en donde se obtuvieron imágenes que comprobó la presencia de nanofibras de PMMA. Con la información obtenida, se concluye que el mejor resultado fue de la muestra 1 en donde se visualizaron fibras ultrafinas alcanzando una menor porosidad que fue el interés del presente trabajo ya que se generan nuevas ideas y alternativas para fabricar nanofibras poliméricas de PMMA que servirá como guía para posteriores estudios. Se recomienda tener en cuenta las propiedades del polímero PMMA y su solvente para realizar la síntesis del mismo.

**Palabras clave:** <FÍSICA>, <ELECTROHILADO>, <NANOFIBRAS>, <POLÍMEROS>, <POLIMETILMETACRILATO (PMMA)>, <MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)>.



2439-DBRA-UTP-2022

## ABSTRACT

The study proposed the use of the electrospinning technique (electrospun) with the aim of manufacturing Polymethylmethacrylate (PMMA) nanofibres, for which a polymeric solution was prepared with a concentration of 2g of PMMA in 10ml of Dichloromethane, which was taken to an agitation process at a temperature of 60°C for 6 hours at 600 revolutions per minute (RPM), at the end of the process a transparent solution with low viscosity was obtained. Over the course of three days, the Spraybase Syringe Pump A-0004-0001-01 electrospinning equipment was used, obtaining two samples on the first and second day and one sample on the third day, subsequently the samples obtained were introduced into a syringe whose internal diameter was 15.9 cm, the results obtained by means of a variable voltage on day 1 were 15.97, 12.57, on day 2, 12.57, 5.39 and on day 3, 8.61 kV, the fibres obtained were collected in aluminium foil obtaining 5 samples, the fibres obtained were characterised by means of two methods which are: Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) confirming the presence of functional groups of the polymer used PMMA and dichloromethane and Scanning Electron Microscopy (SEM), where images were obtained that proved the presence of PMMA nanofibres. With the information obtained, it is concluded that the best result was of sample 1 where ultrafine fibres were visualised reaching a lower porosity which was the interest of the present work since new ideas and alternatives are generated to manufacture PMMA polymeric nanofibres that will serve as a guide for further studies. It is recommended to consider the properties of the PMMA polymer and its solvent for its synthesis.

**Keywords:** <PHYSICS>, <ELECTROHYLIDING>, <NANOFIBRES>, <POLYMERS>, <POLYMETHYLMETHACRYLATE (PMMA)>, <SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM)>.



Dra. Carmita Eulalia Rojas Castro. Mgs.  
0602890469

## INTRODUCCIÓN

En una publicación realizada en el 2014 sobre “*Influencia de los parámetros de electrohilado en la morfología y tamaño de fibras de fibroína*” realizada por (Lotero, 2014), señalan que la progresiva demanda de nuevas nanoestructuras en diferentes sectores como la biotecnología, telecomunicaciones, informática, áreas biomédicas, síntesis química, separación, agricultura e industria de alimentos, ha motivado el interés de científicos e ingenieros para fabricar nanoestructuras, que optimicen los procesos y aumenten la producción. Dichas nanoestructuras pueden tomar diversas formas, por ejemplo: nanotubos, nanoalambres, nanovarillas, esferas, micelas y nanofibras. Para elaborar estas nanoestructuras, ha surgido un método sencillo conocido como electrohilado o electrospinning.

La técnica de electrospinning da origen hace más de 60 años. Inició con Rayleigh en 1897, quién ensayó el efecto de inducir cargas eléctricas en chorros de agua, que posteriormente fue desarrollado más a fondo por Zeleny en 1914, mediante el análisis del comportamiento de las gotas de la solución colocadas en el extremo de un capilar, también realizó el proceso de modelado matemático de los fluidos bajo las fuerzas electrostáticas y tiempo después, en 1934, fue patentada por Cooley, Morton y Formhals, allí describieron todo el proceso, en donde electrohiló una solución de acetato de celulosa en etilen glicol, a una diferencia de potencial de 57 kV para su primera patente, para el segundo acopló un sistema nuevo, con un mayor control de la distancia entre el capilar y el colector, reduciendo así los percances ocurridos en sus investigaciones iniciales. En 1994-1995 Reneker profundizó en la técnica de electrohilado. Durante los últimos años, debido a la demanda de materiales en escala nanométrica, el método de electrospinning se ha convertido en un proceso más versátil, gracias a la habilidad de transformar una variedad de materiales a nanofibras a un bajo costo y con relativa simplicidad (Duque, Rodríguez y López 2012, p. 11).

En el trabajo presentado por (Calderón y Martínez, 2012) en donde afirma que la Fundación Cardiovascular de Colombia conjuntamente con la Universidad AKRON (Ohio, USA), han llevado a cabo investigaciones para la aplicación de fibras poliméricas con aplicaciones farmacológicas obtenidas empleando la tecnología de electrospinning para tratamientos de úlceras diabéticas y leishmaniasis. Esta técnica incluye un dispositivo en etapa experimental para la creación de filamentos de polímero empleando un campo electrostático de óxido nítrico (NO), ligado a una resina de intercambio de iones que se lleva a cabo en un polímero elástico hidrofílico de policaprolactona (PCL), luego una capa de ácido ascórbico (ASC). El sistema inicia en contacto con una aguja produciendo una liberación estable y permanente de más de 200 nL de óxido nítrico por  $\text{cm}^2$  durante 24 horas continuas. Dicha técnica intenta reducir el riesgo y el malestar en el tratamiento del paciente, de esta manera se incrementa el desarrollo tecnológico, la disminución de costos y aumenta la calidad de vida del paciente. Es un método que se ha utilizado

para propósitos académicos; sin embargo, solo varias empresas utilizan el electrospinning para elaborar filtros de líquido y aire a partir de materiales resistentes, flexibles y biodegradables.

En el estudio realizado por Ura et al. (2019, p. 1) obtuvieron tres tipos de andamios de polimetilmetacrilato (PMMA) electrohilados: microfibras, nanofibras y cintas, los cuales se tomaron imágenes mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) para analizar su morfología; en donde se caracterizó por dos factores: rugosidad superficial promedio y el ángulo de contacto con el agua. Las películas de PMMA poseían una superficie lisa, con rugosidad inferior a 0.3  $\mu\text{m}$ , mientras que para las fibras y las cintas se visualizó una mayor hidrofobicidad, rugosidad superficial y diámetro de fibra y para las microfibras se alcanzó una mayor rugosidad de 7  $\mu\text{m}$ . Todas las muestras de PMMA se utilizaron para el estudio de cultivo celular in vitro, en donde el estudio de microscopía celular detallado mostró que al tener mayor rugosidad la superficie, mejoraba la unión de las células y la longitud de sus filopodios. La configuración 3D de las microfibras de PMMA alcanzó la geometría más favorable para el crecimiento de las células, el estudio de electrohilado demostró que varias geometrías de andamios pueden controlar el desarrollo de las células que se pueden ajustar de acuerdo con las necesidades del tejido en el proceso de regeneración.

En base a la investigación realizada por Salazar y Núñez (2017, pp. 1–3), en donde aplican la técnica de electrohilado, utilizando varias soluciones que fueron agitadas durante 24 horas, a diferentes concentraciones del polímero, Poliacrilonitrilo (PAN), con un peso molecular medio (Mw) de 150000 y un disolvente, Dimetilformamida (DMF), para crear una membrana que puede filtrar agua, esto es posible gracias a la disminución de bacterias presentes en el agua de uno de los ríos del cantón Rumiñahui y la incorporación de nanopartículas de plata. Los parámetros óptimos fueron los siguientes: un caudal de 0.5 ml/h de la solución homogénea, la distancia entre el capilar y el colector fue de 15 cm, el proceso se desarrolló por el método horizontal para la recolección de las nanofibras uniformes y repetitivas en cuanto a su estructura y tamaño (Salazar y Núñez, 2017). Como hemos analizado con los estudios que se han realizado previamente, el método de electrohilado dota de una gran versatilidad en la fabricación de micro y nanofibras que han permitido a los investigadores desarrollar una variedad de aplicaciones tecnológicas sumamente beneficiosas en múltiples áreas, algunas se encuentran en fase de desarrollo y otras ya se han consolidado; es por ello que en el presente trabajo de titulación se pretende utilizar la técnica de electrohilado para la fabricación de nanofibras poliméricas de polimetilmetacrilato (PMMA).

# CAPÍTULO I

## 1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

### 1.1. Planteamiento del Problema

El agua contaminada es un problema crítico a nivel mundial. En la actualidad se está evaluando el uso de nanofibras poliméricas como membranas de afinidad en el tratamiento de aguas residuales que capturan partículas, moléculas o macromoléculas a través su inmovilidad selectiva por afinidad química en la superficie de la membrana, para lo cual las nanofibras deben cambiar superficialmente con varios grupos funcionales capaces de atraerlas. Las membranas de afinidad pueden ser la respuesta para algunos metales que no pueden eliminarse por los métodos tradicionales, así como para los contaminantes orgánicos que suelen presentar concentraciones inferiores que agotan el oxígeno impidiendo la vida (Caracciolo et al., 2010: p. 62).

Dentro de los contaminantes inorgánicos más significativos se localizan metales como mercurio, plomo, cobre y cadmio. La distribución de estos metales en el medio ambiente se debe principalmente al desecho de efluentes industriales que no han sido tratados. El empleo de nanofibras poliméricas que contienen alúmina hidratada, hidróxido de aluminio y óxidos de hierro nanométricos permite atrapar los iones de estos metales tóxicos mediante métodos físicos o químicos de adsorción y afinidad electrostática con las nanopartículas reactivas. Por otra parte, se ha agregado  $\beta$ -ciclodextrina (oligosacárido que puede capturar moléculas orgánicas formando complejos) a membranas nanofibrosas de polimetilmetacrilato con el objetivo de desarrollar membranas de afinidad para eliminar residuos orgánicos (Caracciolo et al., 2010: p. 62).

En Ecuador, existen zonas de difícil acceso que no disponen de agua potable, en base a esto y como una alternativa a esta afectación, se está utilizando la técnica de electrospinning como filtros independientes, esto es posible gracias a la elevada porosidad de la membrana de electrospinning por unidad de área, es recomendable someter a la membrana de electrospinning a un tratamiento térmico, de manera que mantenga su estabilidad al aplicar presión sobre ella. Existen varias características sobre la membrana de microfiltración de electrospinning, como el factor de separación para tamaños de partículas que se encuentran en el rango de 0.5 a 1 micrómetros, recuperación de flujo y mecanismo de filtración (Salazar y Núñez 2017, pp. 10–11).

Actualmente se busca utilizar nuevas tecnologías y complementarlas con características que permitan su aplicación en múltiples áreas, una de ellas es la biomedicina para asegurar la salud humana, como es el caso de la Ingeniería Tisular, mediante la cual es posible restaurar, mantener o mejorar la función de tejidos y órganos y esto es posible gracias a los polímeros que son los materiales más utilizados para fabricar implantes, materiales protésicos, sistema de suministro de fármacos, entre otros (Báez, Pérez y Aguilar, 2020, pp. 1–2).

## **1.2. Objetivos de la Investigación**

### ***1.2.1. Objetivo General***

Utilizar la técnica de electrohilado (electrospun) para la fabricación de nanofibras poliméricas de Polimetilmetacrilato (PMMA).

### ***1.2.2. Objetivos Específicos***

- Obtener fibras de PMMA mediante el uso de la técnica de electrohilado.
- Caracterizar la morfología, estructura y propiedades mecánicas de las fibras de PMMA.
- Comprobar de forma experimental las propiedades físicas de las fibras de PMMA obtenidas a través de la microscopía electrónica de barrido.

## **1.3. Justificación de la investigación**

En la actualidad se han realizado estudios y avances de investigación en el desarrollo de nanofibras poliméricas que al combinarse con otros materiales permiten la modificación de algunas de sus propiedades para implementarse en diversos sectores de la industria como: envolturas de alimentos, conservantes, medicamentos, biosensores, separadores de baterías, transistores, almacenamiento de energía, cosméticos, vestimenta, entre otros. Por ello es conveniente aprovechar sus excelentes propiedades físicas, químicas, mecánicas y biológicas (Torres, 2021, pp. 1–2).

Las nanofibras basadas en polímeros se consideran un material potencial en una amplia gama de campos, debido a sus propiedades sobresalientes, como una alta área de superficie específica, facilidad de funcionalización, etc. Los principales campos de aplicación de las nanofibras poliméricas incluyen filtración, ingeniería de tejidos y combustible. Varios métodos están actualmente disponibles para producir nanofibras poliméricas. Por ejemplo: Autoensamblaje unidimensional, técnica de hilado mecánico (elongación), prototipado, separación de fases, síntesis de plantillas y electrohilado. Sin embargo, según las investigaciones realizadas destaca de entre todos los métodos el electrohilado, ya que se ha demostrado que es el más eficiente porque permite la producción continua de fibras, convirtiéndolo en uno de los más utilizados. (Wang y Nakane, 2020, pp. 2–3).

La técnica de electrohilado es muy método simple, versátil y económico en la fabricación de fibras a nanoescala, con buena longitud y diámetros pequeños, así como gran variedad en cuanto a composición, que se obtienen a partir de una amplia gama de materiales, incluidos metales,

cerámicas y polímeros con características extraordinarias, tales como: una gran flexibilidad, mayor superficie específica y un mejor comportamiento mecánico (Cabrera et al., 2019: pp. 180–181). La importancia de esta investigación radica en aplicar el electrohilado como técnica para fabricar nanofibras poliméricas de polimetilmetacrilato, debido a que poseen características únicas, entre ellas su gran área de contacto y alta porosidad, gracias a estas propiedades, las nanofibras muestran gran interés para ser aprovechadas en diversas áreas, como son la biomédica, textil y de alimentos obteniendo resultados favorecedores (Biotecnia, 2014, p. 44).

## CAPÍTULO II

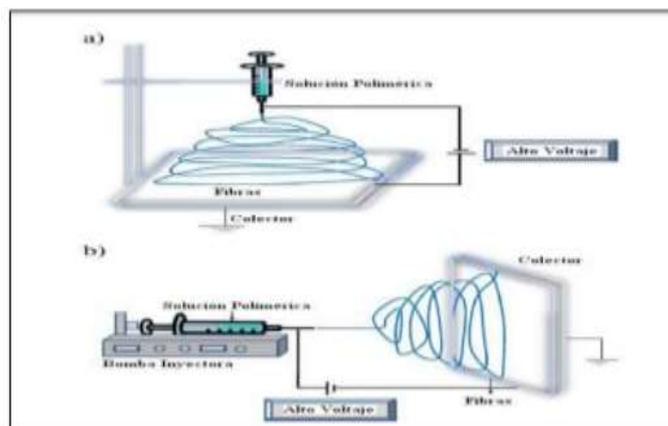
### 2. MARCO TEÓRICO

#### 2.1. Referencias Teóricas

##### 2.1.1. Electrohilado

El electrohilado también denominado electrospinning, es un proceso sencillo y económico, que hace uso de las fuerzas eléctricas para producir micro y nanofibras de diferentes composiciones, esto ocurre por medio del estiramiento axial de una solución viscoelástica, las cuales tienen diversas aplicaciones en biomateriales, ingeniería de tejidos, filtración, ciencia de materiales, liberación de fármacos controlada y textiles inteligentes (Olvera y Aguilar, 2012).

El montaje para la realización de la técnica de electrohilado (Figura 1-1), se compone de un capilar mediante el cual debe ser expulsada la solución polimérica; una fuente de alto voltaje que tiene dos electrodos que deben conectarse uno a la salida de la solución y otro directamente al plato colector (lámina de metal conductor, mandril rotativo, entre otros), en donde se colocarán las fibras una vez ocurra la evaporación del disolvente. La técnica se puede llevar a cabo de manera horizontal o vertical, según sea el requerimiento, aunque al trabajar en forma vertical puede ocurrir la salida de gotas de la solución, desde el capilar hasta el plato colector, mismas que pueden caer sobre las fibras depositadas lo cual puede dañar la superficie e interrumpir el proceso. Para impulsar la solución mediante el capilar, se utiliza una bomba de infusión; si se trabaja de forma horizontal con el cono que cumple la función de capilar, la salida de la solución polimérica puede estar determinada por la fuerza de gravedad, ligada a la viscosidad de la solución (Duque Sánchez, Rodríguez y López, 2014, pp. 11–12).



**Ilustración 1-2:** Sistema representativo del electrohilado:

a) Método vertical; b) Método horizontal

**Fuente:** (Torres, 2021).

Shenoy *et al.* [8,9] propusieron una fórmula semi empírica para predecir el resultado del electrohilado. El número de entrelazamiento  $(n_e)_{soln}$  de la solución se define como la relación del peso molecular  $(M_w)$  promedio de la solución  $((M_e)_{soln})$ . Este último se puede calcular por medio de la fracción de volumen  $(\phi_p)$  del polímero y el peso molecular de entrelazamiento en masa fundida  $(M_e)$ .

$$(n_e)_{soln} = \frac{M_w}{(M_e)_{soln}} = \frac{(\phi_p M_w)}{M_e}$$

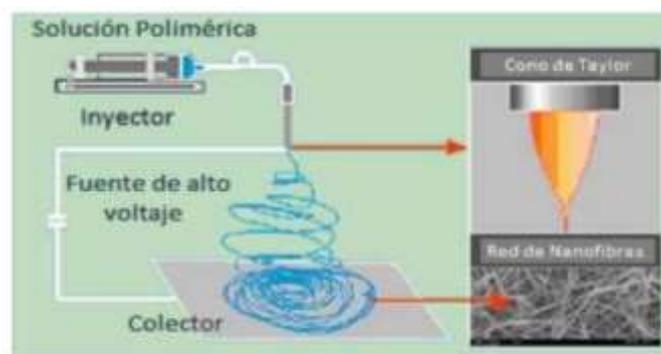
$$\phi_p = \frac{\frac{\text{peso del polímero (g)}}{\text{densidad del polímero (g/cm}^3)}}{\frac{\text{peso del polímero (g)}}{\text{densidad del polímero (g/cm}^3)} + \frac{\text{peso del solvente (g)}}{\text{densidad del solvente (g/cm}^3)}}$$

### 2.1.2. Técnicas de electrohilado

Las técnicas que se pueden aplicar son:

#### 2.1.2.1. Electrohilado por inyección de aguja

Fue patentado por Antonin Formals en 1934 y es el método que se ha utilizado para producir nanofibras a nivel mundial, requiere tiempos prolongados de producción para una pequeña membrana de fibras nanométricas. El montaje del equipo para desarrollar esta técnica consiste en un colector que funciona como mandril rotativo y se puede realizar de forma horizontal o vertical (Torres, 2021, pp. 9–10).



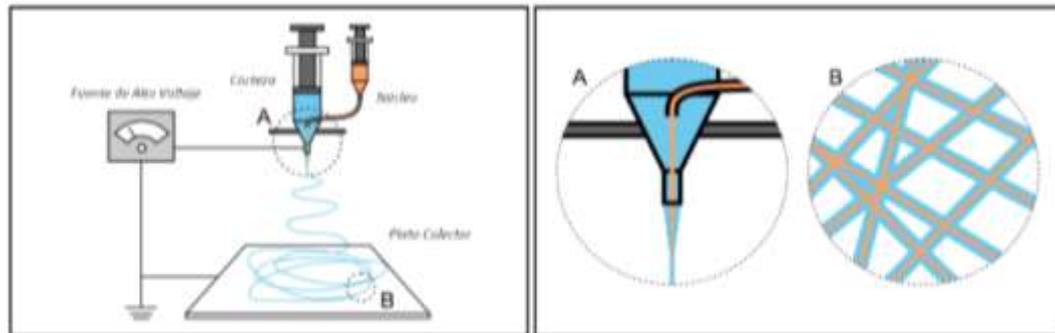
**Ilustración 2-2:** Electrospinning por inyección de aguja.

Fuente: (Torres, 2021).

#### 2.1.2.2. Electrohilado coaxial

Resulta de las variaciones realizadas al método tradicional, que se basa en la inyección simultánea de varios tipos de polímeros dentro de una estructura formada por un núcleo y una corteza de

nanofibras. En esta técnica se utiliza una aguja coaxial, esta configuración permite que una variedad de proteínas y fármacos puedan ser incorporados en el núcleo protegidas por la cubierta, que puede ser de un polímero más estable o menos degradable. Una de las ventajas de trabajar con electrospinning coaxial es que no es necesario que la solución que forma el núcleo tenga propiedades dieléctricas para llevar a cabo el proceso ya que la solución que actúa como corteza ayuda a esa solución logrando así encapsular fármacos de diferente naturaleza y características (Gutiérrez, 2016, pp. 40–41).

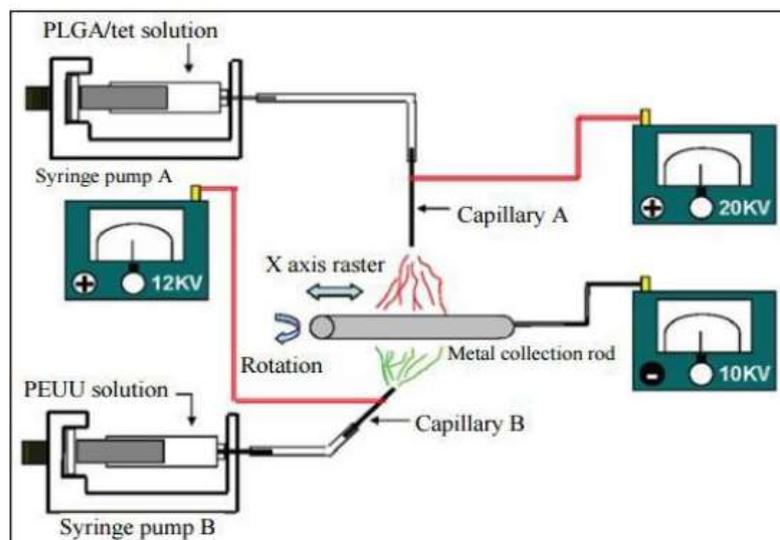


**Ilustración 3-2:** Electrospinning coaxial.

Fuente: (Torres, 2021).

#### 2.1.2.3. Electrohilado de doble flujo

Permite obtener nanofibras, su sistema está conformado por dos ductos y de la misma manera por dos capilares, por lo tanto, permite que en una misma muestra se puedan electrohilar dos materiales, produciendo elementos con mejores propiedades (Ruiz, 2019, p. 23).

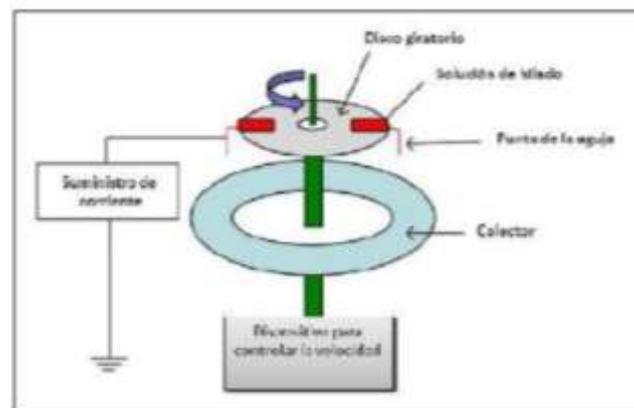


**Ilustración 4-2:** Electrohilado de doble flujo.

Fuente: (Torres, 2021).

#### 2.1.2.4. Electrohilado por centrifugado

Tiene una producción mayor, menores costos y en algunos casos, no se emplean disolventes en el proceso, consiste en la obtención de micro y nanofibras mediante la fuerza centrífuga. Este método contiene un plato dosificador con varias cavidades micrométricas por donde expulsa la solución polimérica mediante la fuerza de centrifugado a la que se somete (velocidades entre 900 y 7000 rpm), cuando la solución sale del dosificador, se forman hilos que inmediatamente se atraen al colector gracias a la presencia de campo eléctrico (Torres, 2021, pp. 12–13).



**Ilustración 5-2:** Electrohilado por centrifugado

Fuente: (Torres 2021).

### 2.1.3. Fases del proceso de electrohilado

#### 2.1.3.1. Disolución con carga eléctrica

La carga eléctrica de la solución obtenida en la técnica de electrohilado se da, debido al contacto existente entre el ánodo de la fuente de alto voltaje y la disolución de polímero, entonces dependiendo de la solución de polímero y la polaridad que coexista en la fuente de voltaje, resultará la naturaleza de los portadores de carga en la gota y en el filamento (Ruiz, 2019).

#### 2.1.3.2. Aparición del cono de Taylor y filamento

Este es el punto en el que comienza la formación de la fibra; por lo cual, se deduce que para cada solución polimérica corresponde un cierto nivel de potencial eléctrico mediante el cual se logra que la gota saliente tome la forma de un cono, conocido como “Cono de Taylor”. Al sobrepasar el potencial eléctrico se expulsa del fluido un filamento, desde la punta del cono de Taylor, resulta mejor evitar alto voltaje en el potencial ya que puede ocasionar la formación de varios filamentos,

con lo cual disminuye la precisión del proceso porque se vuelve difícil controlar la dirección de los filamentos (Ruiz, 2019).

#### *2.1.3.3. Adelgazamiento del filamento:*

Se forma un filamento largo del fluido continuo que se obtiene a partir de la gota, generando el cono de Taylor, en donde el filamento inicia su trayectoria con dirección al colector en donde llega la fibra (Ruiz, 2019).

#### *2.1.3.4. Inestabilidad del filamento*

En el trayecto del filamento hacia el colector de fibras, este sucumbe ante ciertas inestabilidades que pueden cambiar el movimiento. Entre las inestabilidades, ocurre el latigazo que consiste en movimientos laterales crecientes, que desvían la dirección del filamento en varias gotas, esta es una de las más comunes en el proceso de electrohilado (Ruiz, 2019).

#### *2.1.3.5. Colecta del filamento:*

Es la etapa final del proceso de electrohilado, ocurre a medida que el filamento del fluido viaja a través del aire, aquí ocurre el choque con el cuerpo conductor, que se encuentra conectado eléctricamente con la fuente de alto voltaje. En este proceso al cuerpo colector, se le denomina también como colector de fibras y es el elemento con mayor posibilidad de innovación ya que puede usarse para manipular las líneas de campo eléctrico para guiar la posición final de las fibras (Ruiz, 2019).

### **2.1.4. Parámetros del proceso de electrohilado**

En este proceso se debe manejar una serie de variables, mismas que inciden en las características de los productos obtenidos, de dichas variables depende obtener características morfológicas durante el proceso y por ende conseguir como resultado final un producto observable en el microscopio, de la misma manera, las variables influyen para que de inicio el proceso. El polímero debe estar disuelto en uno o varios disolventes para que exista una distribución homogénea en la solución, además es necesario conocer que en caso que el polímero no se encuentra en condiciones apropiadas se puede taponar el capilar de la aguja durante el desarrollo del proceso (Ruiz, 2019, p. 10).

En la siguiente tabla se muestra un resumen de las variables del proceso, las cuales son:

**Tabla 1-2.** Parámetros del proceso de electrohilado

Parámetro		Características
Concentración de la solución de polímero	A mayor	Retiene el paso de la solución a través del capilar
	A menor	Las fibras se rompen en gotas antes de ingresar al plato colector
Tensión superficial	A mayor	Aparición de imperfecciones en las fibras
	A menor	Se obtienen fibras lisas, para menorar la tensión superficial, se puede adicionar solventes de baja tensión como el etanol
Conductividad de la solución	A mayor	Se produce mayor estiramiento de la solución, mayor transporte de cargas y se obtienen fibras más delgadas
	A menor	Se produce menor estiramiento de la solución, menor transporte de cargas y por ende fibras más gruesas
Voltaje	A mayor	Fibras gruesas, aparición de defectos
	A menor	Poco impulso para la llegada de la solución al plato colector
Viscosidad	A mayor	Fibras lisas, ayuda a tener un microchorro más estable, como resultado se obtendrán fibras libres de gotas. Para esto se debe incrementar el peso molecular del polímero
	A menor	Fibras con defectos
Flujo de salida	A mayor	Fibras gruesas, aparición de defectos
	A menor	Fibras sin defectos, tiempo prolongado para la evaporación del solvente
Distancia aguja-colector	A mayor	Fibras delgadas, mayor estiramiento de la solución
	A menor	Fibras con defectos al trabajar con muy bajas o muy altas distancias
Humedad relativa	A mayor	Aparición de poros en las nanofibras
	A menor	Un poco cantidad de vapor de agua en el ambiente, permite que el solvente se evapore más rápido, lo que permite la formación de

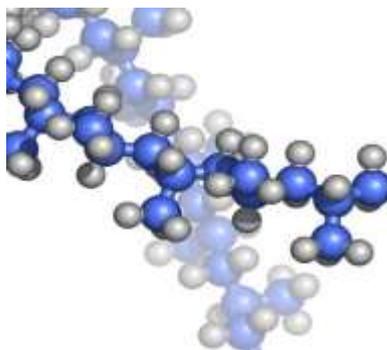
		fibras; por lo tanto, la humedad adecuada se encuentra en el rango del 0-50%
Constante dieléctrica	A mayor	Se obtienen fibras uniformes, con un diámetro medio menor
	A menor	Fibras gruesas
Temperatura	A mayor	El diámetro de las fibras disminuye
	A menor	La temperatura adecuada para llevar a cabo normalmente el proceso, se encuentra en el rango de 20-60°C

Fuente: (Ruiz, 2019, pp. 10–15).

Realizado por: Barrionuevo, Daniela, 2022.

### 2.1.5. *Polímero*

Los polímeros se definen como macromoléculas que están compuestas por la unión repetida de una o varias moléculas de menor tamaño denominadas monómeros unidos por enlaces covalentes. A partir de su origen, los polímeros se clasifican en naturales o sintéticos; los sintéticos abarcan entre uno y tres tipos de unidades diferentes que se repiten, mientras que los biopolímeros o polímeros naturales (la celulosa, el ADN o las proteínas) poseen estructuras más complejas. El sector comercial se centra en los polímeros sintéticos; por lo tanto, en este método experimental nos centramos en estos tipos de polímeros (Beltrán y Marcilla, 2012, p. 17).



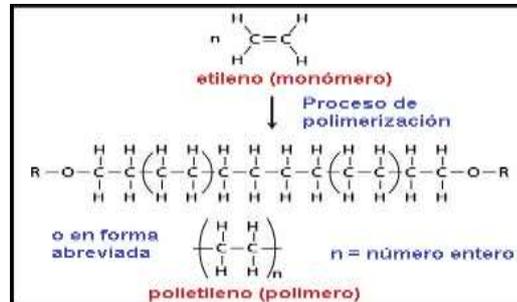
**Ilustración 6-2:** Polímero.

Fuente: (Mariano, 2013).

#### 2.1.5.1. *Estructura de los Polímeros*

Las moléculas que se unen para formar los polímeros se les denomina monómeros y las reacciones que se llevan a cabo para obtenerlos se llama reacción de polimerización. Al tratarse de un solo tipo de molécula se conoce como homopolimerización, cuando son dos o más moléculas distintas, se llama copolimerización. Además, estas reacciones son de dos tipos: adición y condensación;

en los polímeros de adición, la unidad estructural de repetición posee idéntica estructura a la de partida. El grupo representativo para este tipo de reacciones está formado por monómeros que contienen un doble enlace carbono-carbono, por ejemplo, la polimerización del etileno (Beltrán and Marcilla, 2012, p. 18).



**Ilustración 7-2.** Polimerización del etileno.

Fuente: (Mariano 2013).

En la siguiente tabla, se detallan los polímeros de adición más usuales:

**Tabla 2-2.** Polímeros de adición usados frecuentemente.

Polímero	Abreviatura	Estructura
Polietileno	PE	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$
Polipropileno	PP	$-\text{CH}_2-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}}-$
Poliestireno	PS	$-\text{CH}_2-\underset{\text{C}_6\text{H}_5}{\text{CH}}-$
Policloruro de vinilo	PVC	$-\text{CH}_2-\underset{\text{Cl}}{\text{CH}}-$
Poliacrilonitrilo	PAN	$-\text{CH}_2-\underset{\text{C}\equiv\text{N}}{\text{CH}}-$
Polimetilmetacrilato	PMMA	$-\text{CH}_2-\underset{\text{COOCH}_3}{\overset{\text{CH}_3}{\text{CH}}}-$
Polibutadieno (1,4-cis)	PB	$-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-$

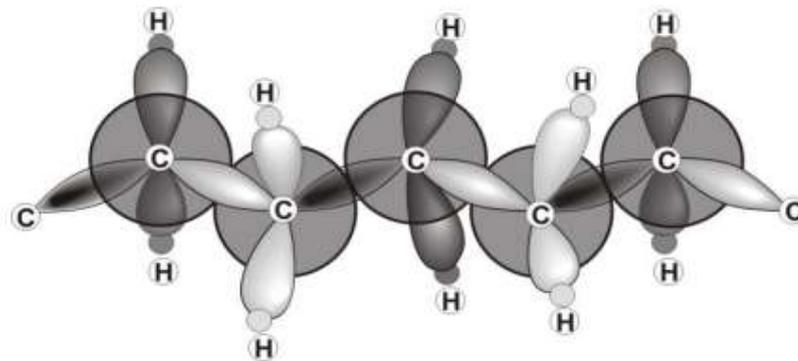
Fuente: (Beltrán y Marcilla 2012, p. 19).

Realizado por: Barrionuevo, Daniela, 2022.

Por otra parte, los polímeros de condensación se constituyen a partir de monómeros polifuncionales mediante algunas reacciones en donde ocurre la posibilidad en que se pueda eliminar una molécula pequeña, como es el caso del agua (Beltrán y Marcilla, 2012, p. 18).

#### 2.1.5.2. Estructura química

- Átomos en la cadena principal y sustituyentes: Los monómeros se enlazan entre sí mediante enlaces covalentes, la cadena principal está constituido por átomos que poseen la configuración  $sp^3$ , es decir sus orbitales componen un tetraedro rodeando el átomo de carbono y el ángulo de enlace de dos átomos de carbono consecutivos será  $109^\circ$  (Beltrán y Marcilla, 2012, pp. 20–21).



**Ilustración 8-2:** Configuración  $sp^3$  de la molécula de polietileno.

**Fuente:** (Beltrán y Marcilla, 2012, p. 21).

La polaridad y el volumen de dichos átomos repercutirán en las fuerzas de cohesión entre cadenas, también pueden determinar la temperatura de transición vítrea, de fusión, cristalización, flexibilidad del material, entre otros. Por lo tanto, mientras exista una mayor cohesión entre las cadenas, el polímero será más rígido (Beltrán y Marcilla, 2012, pp. 21–22).

- Peso molecular y su distribución: Las propiedades de los polímeros, como por ejemplo la elasticidad, resistencia mecánica, la temperatura de transición vítrea de plásticos amorfos o la temperatura de fusión de fibras y materiales semicristalinos, ocurren gracias a su elevado peso molecular (Cianciosi, 2014, p. 10).

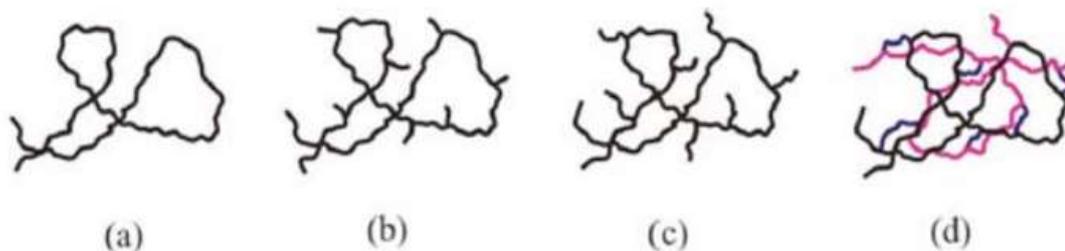
**Tabla 3-2.** Estado de agregación de una cadena de alcanos de la misma estructura química y peso molecular creciente.

Número de unidades	Peso molecular	Estado a 20°C
1	30	Gas
6	170	Líquido
35	1000	Grasa
430	>12000	resina

Fuente: (Cianciosi, 2014, p. 10).

Realizado por: Barrionuevo, Daniela, 2022.

- Ramificaciones y entrecruzamiento: Si en una reacción de polimerización no ocurre ninguna reacción secundaria entonces resulta polímeros lineales no ramificados. En cambio, bajo diversas condiciones de polimerización se obtienen ramificaciones que pueden ser cortas o largas y por ende puede variar las propiedades de los polímeros, todo depende si existen o no ramificaciones y la longitud de estas (Cianciosi, 2014, p. 12).



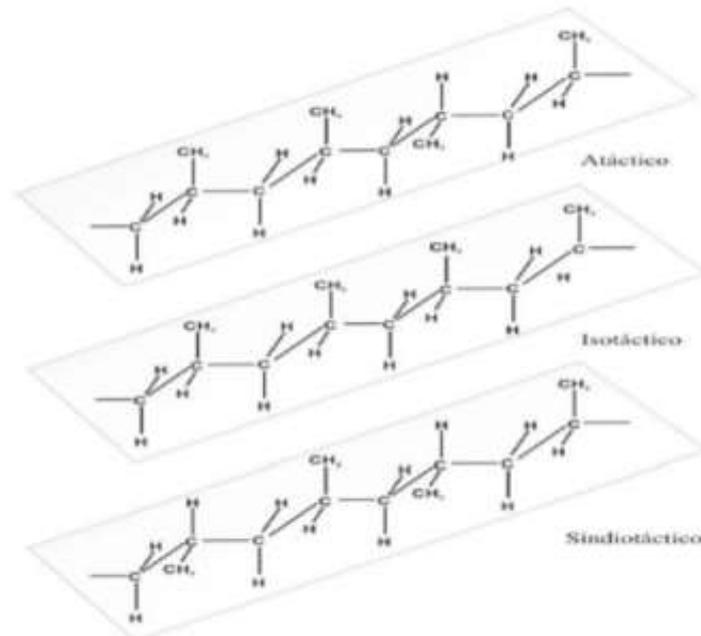
**Ilustración 9-2:** a) Polímero lineal sin ramificaciones; b) Con ramificaciones cortas; con ramificaciones largas; d) Polímero entrecruzado.

Fuente: (Cianciosi, 2014, p. 12).

Cabe mencionar que el polietileno lineal sin ramificaciones se conoce como polietileno de alta densidad (HDPE). Sin embargo, el polietileno a ciertas condiciones de polimerización se puede obtener ramificaciones que pueden ser de cadena corta de 1 a 4 átomos de carbono, también se encuentran espaciadas; es decir, 1 ramificación por cada 20 a 100 átomos de carbono de la cadena principal, en este caso se refiere al polietileno de baja densidad (LDPE). Otra variedad del polietileno comercial muy usual, es el polietileno lineal de baja densidad (LLDPE), que es un polímero semi lineal con ramificaciones de cadena larga. Las ramificaciones otorgan volumen libre e incrementan el distanciamiento entre las cadenas. En general, los polímeros lineales y ramificados son solubles en ciertos disolventes (Cianciosi, 2014, p. 12).

Configuración: Se refiere al ordenamiento en el espacio de los sustituyentes orbitando el átomo particular. La disposición resultante cuando todos los grupos de sustituyentes  $CH_3$  – se ubican por arriba o por debajo de la cadena principal, se denomina **isotáctica**. En el caso que los grupos

de sustituyentes se dispongan alternados por arriba y debajo de la cadena principal, se denomina **sindiotáctica**, por otro lado, la secuencia al azar, corresponde a la configuración **atáctica**. Además, el tipo de configuración condiciona el comportamiento del material, como el polipropileno isotáctico, es un polímero semicristalino comercial que se puede usar como plástico y como fibra. El polipropileno atáctico es amorfo ya que no tiene consistencia de material plástico; por lo tanto, es evidente el efecto de la estructura del polímero sobre sus propiedades (Cianciosi, 2014, p. 13).

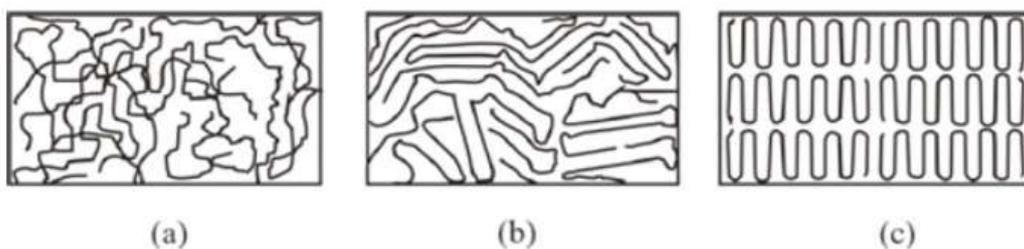


**Ilustración 10-2.** Configuraciones atáctico, isotáctico y sindiotáctico.

Fuente: (Cianciosi, 2014, p. 13).

### 2.1.5.3. Estructura física

- Estado amorfo y estado cristalino: Estos términos hacen referencia a las zonas ordenadas y desordenadas de los polímeros respectivamente. La figura 11-1. Indica un esquema de un sistema amorfo, semicristalino y cristalino; en estado sólido algunos polímeros son completamente amorfos, otros son semicristalinos esto va a depender de las condiciones de cristalización (Cianciosi, 2014, p. 14).



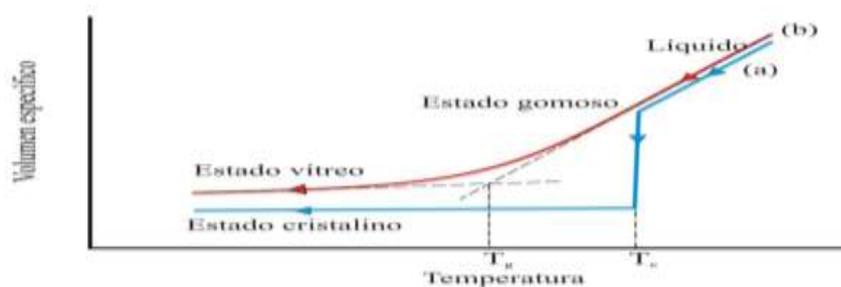
**Ilustración 11-2:** a) Sistemas amorfos; b) Semicristalino; c) Cristalino

Fuente: (Cianciosi, 2014, p. 14).

Los polímeros que pueden cristalizar son aquellos en donde sus moléculas, son química y geoméricamente regulares en su estructura. Las irregularidades que ocurren como la copolimerización de una cantidad pequeña de otro monómero, las ramificaciones de la cadena o polímeros atácticos, disminuyen la cristalización de los polímeros (Cianciosi, 2014, p. 15).

- Temperatura de transición vítrea y temperatura de fusión: Cuando las moléculas del polímero están en fase líquida o fundido se encuentran enredadas, si no hay una fuerza externa que les permita ubicarse en una trayectoria. Las moléculas se pueden mover y los átomos de enlace pueden girar en torno a las cadenas cuando la energía de activación es suficiente. En este caso, el volumen no ocupado o volumen libre que está asociado con cada molécula es alto (Cianciosi, 2014, pp. 15–16).

Los polímeros disponen de una ordenación molecular compleja e irregular (interacciones fuertes entre cadenas, ramificaciones, entre otros.), la viscosidad se eleva en estado líquido. Además, cuando las moléculas se enfrían, se debe esperar a la temperatura en donde la fase cristalina fuese más estable que el amorfo, pero debido a su conformación geométrica muy compleja para adquirir un estado cristalino. De manera que, en estos casos, en el estado sólido, se mantiene la conformación desordenada propia de los líquidos. Como podemos analizar en la Ilustración 12-2 en el que se observa que en el polímero amorfo “b” ocurre una disminución gradual del volumen específico con la temperatura. En estos polímeros, se localiza una temperatura que es la temperatura de transición vítrea,  $T_g$ , mediante la cual se cambia las propiedades del material. A temperaturas por encima de la  $T_g$ , se puede mover con libertad segmentos relativamente grandes de 10 a 50 unidades de repetición, logrando así modificar su conformación, mientras que por debajo de esta temperatura los movimientos se limitan a segmentos muy pequeños, razón por la cual se imposibilita una reorganización. Por debajo de la temperatura de transición vítrea (estado vítreo), los polímeros amorfos disponen de varias de las propiedades relacionadas con los vidrios inorgánicos ordinarios, como: transparencia, rigidez y fragilidad. Mientras que por encima de su  $T_g$  los polímeros amorfos tienen comportamiento de cauchos o elastómeros (Cianciosi, 2014, pp. 15–16).



**Ilustración 12-2.** Variación del volumen específico en función de la temperatura para a) Polímero cristalino; b) Polímero amorfo.

Fuente: (Cianciosi, 2014, p. 16).

La temperatura de fusión, se utiliza únicamente para los polímeros cristalinos y semicristalinos, cuando se trata de polímeros amorfos a una temperatura que sobrepasa la  $T_g$  disponen de una movilidad mayor y se convierten en fluidos, en caso de no existir fusión, el polímero no se funde. Los polímeros cristalinos también presentan temperatura de transición vítrea ya que la cristalización abarca hasta una cierta extensión porque siempre va a haber regiones amorfas en un polímero en estado sólido; es decir, generalmente las propiedades de los polímeros cristalinos dependen de que las regiones amorfas residuales se encuentren en estado líquido (por debajo de la  $T_g$ ) o en estado caucho (por encima de la  $T_g$ ) (Cianciosi, 2014, pp. 15–16).

**Tabla 4-2.** Temperatura de transición vítrea y de fusión de polímeros de uso frecuente

Polímero	$T_g$ (°C)	$T_m$ (°C)
Polietileno	-125	140
Poliestireno (isotáctico)	100	240
Polipropileno (isotáctico)	25	150
Polipropileno (sindiotáctico)	---	138
Poliacrilonitrilo (atáctico)	85	317
Policloruro de vinilo	81	---
Poli óxido de etileno	-56	66
Poli etilen tereftalato	29	270
Polimetilmetacrilato	102	---
Policarbonato	150	267
Nailon 6,6	50	265
Politetrafluoroetileno	-113	327
Polibutadieno cis	-108	148
Poliisopreno (trans)	-67	74
Poliisopreno (cis)	-75	28

Fuente: (Cianciosi, 2014, p. 16).

Realizado por: Barrionuevo, Daniela, 2022.

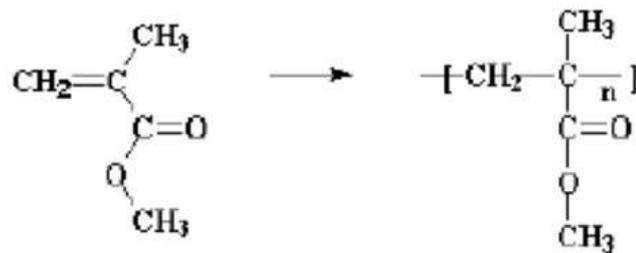
- Relación entre cristalinidad y comportamiento en el transcurso del proceso: Los polímeros tienen diferente comportamiento durante el proceso dependiendo si tienen o no capacidad para cristalizar, además, varias propiedades del producto final se ven influenciadas por el nivel de cristalinidad que adquiere el material. Cuando el material se calienta en un inicio logra un reblandecimiento producido por la movilidad que consiguen las moléculas de las regiones amorfas, las moléculas que están en la región cristalina se mantienen en estado sólido. Al alcanzar la temperatura de fusión la ordenación estalla y las cadenas obtienen movilidad; por lo tanto, estos materiales se deben procesar sobrepasando el punto de fusión. En el caso de los

polímeros amorfos, el proceso se debe realizar sobrepasando la temperatura de transición vítrea aquí ocurre un reblandecimiento progresivo. Los polímeros amorfos y cristalinos suelen contraerse en la fase de enfriamiento, pero la contracción es mayor en los polímeros cristalinos (1.5 a 3%) frente a los polímeros amorfos (0.4 a 0.8%), durante el enfriamiento las moléculas se empaquetan produciendo una reducción en el volumen específico (Cianciosi, 2014, p. 16).

## 2.1.6. Polimetilmetacrilato

### 2.1.6.1. Estructura del polimetilmetacrilato

El polimetilmetacrilato se obtiene de la polimerización del ácido acrílico, en donde, el acrilato de metilo y el metacrilato de metilo realizan su polimerización dando como resultado poliácido de metilo y polimetacrilato de metilo (Pantaleón, 2009, p. 49).



**Ilustración 13-2.** Polimerización del polimetilmetacrilato.

**Fuente:** (Pantaleón, 2009, p. 50).

El reemplazo de los grupos metilo y metacrilato de los átomos de carbono de la cadena principal, esto produce un impedimento estérico y ocurre que el PMMA sea rígido y fuerte. En tanto la configuración aleatoria asimétricamente de los átomos de carbono, da lugar a una modificación amorfa en su totalidad con transparencia elevada a la luz visible, además posee una gran resistencia química al medio ambiente (Pantaleón, 2009, p. 50).

### 2.1.6.2. Propiedades

El PMMA es un termoplástico rígido y cristalino, sindiotáctico en un intervalo del 70-75%, tiene una alta resistencia a sustancias inorgánicas acuosas, como los ácidos y álcalis en dilución, además ocurre la reacción de pirólisis casi completa a monómero por reacción en cadena (Pantaleón, 2009, p. 52).

El polimetilmetacrilato posee una transparencia óptica comprendida entre el 85-92%; por lo tanto, permite el paso de los rayos UV y el poder que tienen de difusión es prácticamente nulo, en cambio en las radiaciones nocturnas del suelo ocurre gran opacidad (Pantaleón, 2009, p. 52).

Tienen excelentes propiedades mecánicas y térmicas, la resistencia a la tracción alcanza los 10000 psi, la resistencia al impacto es alta, similar a los copolímeros de estireno, la temperatura de flexión térmica es mayor a 90°C. Además, su resistencia al quiebre, es siete veces mayor que la del vidrio con igual espesor. Es un material liviano, con una densidad de 1.19 kg/m<sup>3</sup>, el coeficiente de conductividad térmica es 0,16 kCal/mh°C (Pantaleón 2009, p. 53).

En un estudio de (Yan y Chuanglong 2010, p. 125), en cuanto, a sus propiedades físicas, para examinar la calidad de los solventes para disolver PMMA, se cita una regla general que es el parámetro chi cuadrado, la cual se muestra a continuación:

$$\chi = (\delta_s - \delta_p)^2 \frac{M_s}{RT\rho_s} + 0.34$$

Según (Yan y Chuanglong 2010, p. 125), el parámetro chi muestra el grado de compatibilidad del polímero-solvente; en donde, un valor menor a 0,5 representa solventes favorables y más de 0,5 muestra interacciones polímero-solvente desfavorables y, por lo tanto, el solvente no puede disolver el polímero. También es una teoría clásica que el valor más bajo de  $\chi$  de la solución, indica el mejor solvente para el polímero disuelto. Los solventes usados en este estudio pueden ser evaluados en a la siguiente ecuación:

$$\chi = (\delta_s - \delta_p)^2 \frac{M_s}{RT\rho_s}$$

También, se muestra en la siguiente tabla las propiedades eléctricas, mecánicas, térmicas, ópticas y acústicas del polimetilmetacrilato:

**Tabla 5-2.** Propiedades del Polimetilmetacrilato (PMMA)

I. Propiedades generales	PMMA
Densidad g/cm <sup>3</sup>	1,18
Absorción de agua (%)	0,3
Resistencia química	-
Límite superior (°C)	75,90
Límite inferior (°C)	-40
II. Propiedades mecánicas	
Tensión de fluencia (MPa)	70
Resistencia a la tracción (MPa)	72
Resistencia a golpes (KJ/m <sup>2</sup> )	15
Resiliencia (KJ/m <sup>2</sup> )	1,5
Resistencia a la flexión (MPa)	125
Módulo de elasticidad (MPa)	3300
III. Propiedades térmicas	
Temperatura de ablandamiento	100
Temperatura de deformabilidad por calor (°C)	95
Coefficiente de dilatación térmica	0,7
Conductividad térmica	0,19
IV. Propiedades eléctricas	
Resistencia volúmica ( $\Omega \times \text{cm}$ )	$\geq 10^{15}$
Resistencia superficial ( $R_o$ ) ( $\Omega$ )	$\geq 10^{15}$
Constante dieléctrica relativa con 1 MHz	2,9
Resistencia a descargas disruptivas (kV/mm)	30
Coefficiente de fricción	0,55
V. Resistencia a sustancias químicas	
Ácidos diluidos	+
Lejías diluidas	+
Hidrocarburos	+
Hidrocarburos clorados	0
Compuestos aromáticos	-
Cetonas	-

Fuente: (Pantaleón, 2009, pp. 55–56).

Realizado por: Barrionuevo, Daniela, 2022.

### 2.1.6.3. Aplicaciones

Se utiliza para automóviles, mangos de cepillos, joyería, lentes. Las aplicaciones principales de las nanofibras tanto coladas como extruidas son para rótulos, acristalamientos y para fines decorativos en la industria de la construcción, debido a su solubilidad en cetonas, ésteres, hidrocarburos aromáticos y disolventes clorados sirve para preparar pinturas y barnices insolubles en agua, en alcoholes, en hidrocarburos alifáticos y resistente a grasas y aceites. El PMMA es un material que sustituye al vidrio, aplicado en múltiples usos como cristaleras, vitrinas, letreros luminosos, urnas, además tiene la ventaja de ser más transparente (Pantaleón, 2009, pp. 57–58).

En cuanto a nuevas tecnologías médicas, el PMMA se utiliza para lentes de contacto debido a que dispone de un excelente grado de compatibilidad con el tejido humano y puede ser usado como lentes intraoculares para corregir problemas causados por cataratas, también se utiliza para prótesis dentales, para producir dentaduras se añade el polímero en polvo, la masa formada se empaqueta en el molde y se introduce el conjunto en agua hirviendo, finalmente se obtienen las dentaduras (Pantaleón, 2009, p. 38).

### 2.1.7. Diclorometano

El cloruro de metileno o diclorometano (DCM) es un líquido claro, incoloro, altamente volátil, no inflamable, con un olor penetrante como a éter que dispone de las siguientes propiedades:

**Tabla 6-2.** Propiedades del Diclorometano (DCM)

Peso molecular	84,96
Fórmula molecular	$CH_2Cl_2$
Punto de fusión	-95°C
Punto de ebullición	40°C
Presión de vapor	58,4 KPa a 25°C
Densidad	1,33 $g/cm^3$ a 20°C
Punto de autoinflamación	605°C a 101,3 KPa

**Fuente:** (Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo, 2018, p. 1).

**Realizado por:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

Se puede afirmar que el vapor del cloruro de metileno puro es relativamente más denso que el aire. El cloruro de metileno puro y seco es más estable, pero en presencia de agua y luz se va descomponiendo de manera paulatina para producir cantidades bajas de cloruro de hidrógeno. El diclorometano comercial se encuentra disponible en varios grados acorde a su uso. Generalmente contienen entre 0,005% y 0,02 % de un estabilizante (como metanol, etanol, amileno,

ciclohexano, compuestos fenólicos o butilamina terciaria) para prevenir su acidificación y corrosión (Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo, 2018, pp. 1-2).

#### *2.1.7.1. Aplicaciones*

Los usos más importantes del cloruro de metileno son como removedor y disolvente de pintura y barniz, en aerosoles, en la industria electrónica (como decapante fotorresistente en la producción de láminas de circuitos impresos) y para la limpieza de metales (desengrase de vapor). En la industria alimentaria y farmacéutica se usa como medio de extracción. Además, se utiliza en productos de lavado y limpieza, productos de revestimiento, adhesivos y selladores, biocidas (por ejemplo, desinfectantes y productos para el control de plagas), productos fitosanitarios y cosméticos y productos para el cuidado personal. (INSST, 2018, p. 2).

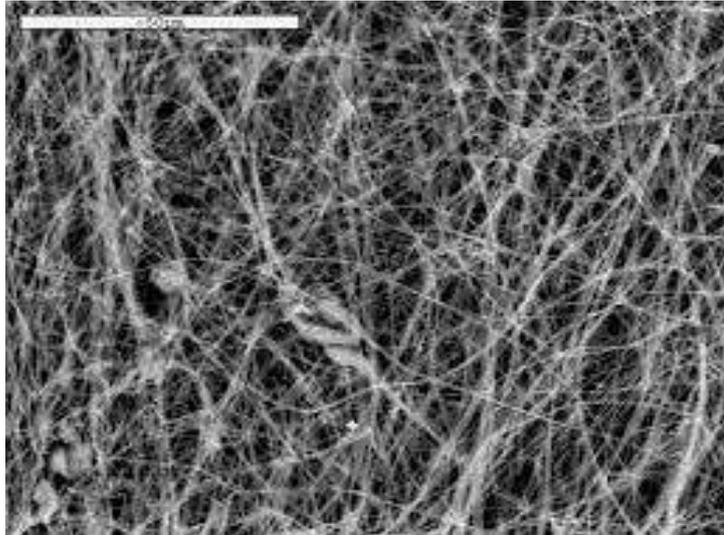
#### *2.1.8. Nanofibras*

Son aquellas cuyos diámetros están por debajo de 500 nm, se producen aplicando diversas técnicas que permiten obtener fibras ultrafinas. Generalmente, el proceso de obtención de fibras poliméricas implica el hilado, en donde un polímero fundido o en solución, conduce a través de una boquilla bajo condiciones específicas de temperatura y velocidad. Este proceso de formación de fibras implica que el material se estire para incrementar su módulo y resistencia (Caracciolo et al., 2010: p. 57).

##### *2.1.8.1. Técnicas para la obtención de nanofibras*

Las nanofibras poliméricas se pueden obtener mediante diferentes técnicas, entre las cuales se encuentran las siguientes: Estiramiento, síntesis de plantillas, separación de fases, autoensamblaje y electrospinning (Salazar y Núñez, 2017, pp. 12–13).

En los últimos quince años, se ha investigado sobre el método de electrospinning. Dicha técnica produce filamentos continuos con un diámetro de sus hilos de 10 a 100 veces inferiores a los que se obtienen por métodos convencionales, estos se hallan formando una membrana no tejida que es el material nanofibroso (Caracciolo et al., 2010: p. 57).



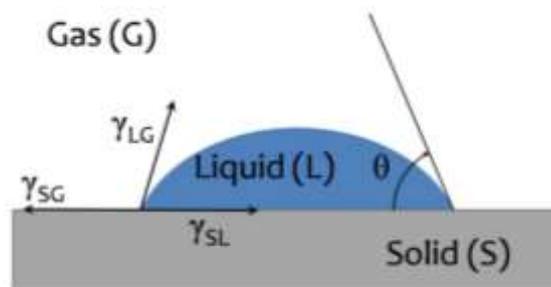
**Ilustración 14-2.** Nanofibras por el método de electrohilado.

**Fuente:** (Caracciolo et al., 2010: p. 57).

Las nanofibras obtenidas mediante electrohilado, han mostrado un excelente potencial en diferentes aplicaciones como filtración de aire, administración de fármacos, embalaje alimentario activo y bioactivo y biosensores. En el área biomédica las nanofibras son útiles para el desarrollo de ingeniería tisular, encapsulación de enzimas, entre otros (Cabrera, et al., 2019: p. 181).

### 2.1.9. *Ángulo de contacto*

El ángulo de contacto es una propiedad superficial de los sólidos que cuantifica su tendencia a la hidrofobicidad, este parámetro es de gran importancia para analizar los mecanismos de interacción entre las fases sólida y líquida. El procedimiento para determinar el ángulo de contacto se basa en la medida del ángulo formado entre una gota o burbuja adyacente a una superficie plana y lisa (Neira, 2007, p. 833).

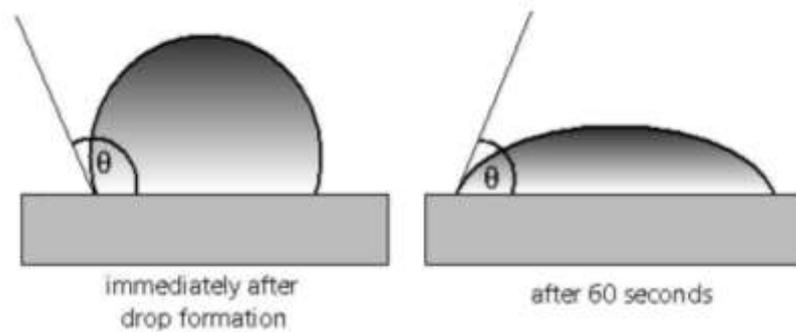


**Ilustración 15-2.** Representación del ángulo de contacto.

**Fuente:** (García, 2010, p. 8).

### 2.1.9.1. Métodos para medir en ángulo de contacto

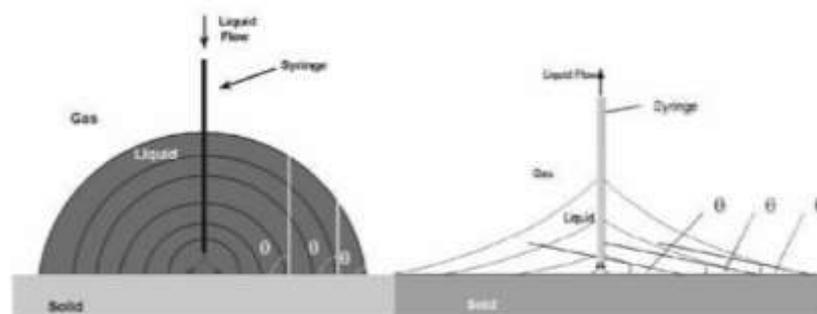
- **Ángulo de contacto estático:** Una gota de líquido que se coloca sobre una superficie sólida no absorbente, alcanzará la condición de “equilibrio” tras un determinado tiempo ya que variará en función de las reacciones que se produzcan entre sus fases. La lectura del ángulo de contacto determinada en esta condición es el ángulo de contacto “estático”. Para líquidos de altas viscosidades, por ejemplo, la glicerina, es necesario esperar a su expansión total para llegar a una condición estática (García, 2010, p. 11).



**Ilustración 16-2.** Ángulo de contacto estático en función del tiempo.

**Fuente:** (García, 2010, p. 11).

- **Ángulo de contacto dinámico:** En los materiales que son porosos, cuando el líquido ingresa en el sustrato, el ángulo de contacto va a cambiar continuamente en función del tiempo. Con respecto a los ángulos de contacto dinámicos que está inmerso en el contacto en el límite entre líquido y sólido durante el aumento (ángulo de avance) o disminución (ángulo de retroceso) del volumen de la gota durante los procesos de mojabilidad (García, 2010, p. 12).



**Ilustración 17-2.** Ángulo de contacto dinámico en función del tiempo.

**Fuente:** (García, 2010, p. 12).

- **Parámetros de influencia:** El ángulo de contacto es dependiente de la temperatura puesto que la tensión superficial y la interfásica también dependen de la temperatura. En general,  $\theta$

disminuye ligeramente al aumentar la temperatura. Esto es por lo que la temperatura debe estar controlada y debe mantenerse constante durante los ensayos de mojado (García, 2010, p. 12).

La porosidad del sustrato sólida está relacionada con la porosidad ya que es otro factor que puede afectar al ángulo de contacto entre el metal líquido y el sustrato sólido, debido principalmente a los fenómenos de capilaridad. Una mayor porosidad disminuye  $\theta$  en sistemas con un buen mojado (García, 2010, p. 13).

La compatibilidad química entre gota y sustrato combinada con el tiempo, varía la medida del ángulo de contacto. Así, para un sistema gota-sustrato inerte, el ángulo de contacto será aproximadamente el mismo independientemente del tiempo, manteniendo constantes las demás condiciones. Por el contrario, si existe interacción entre la fase líquida y el sólido, éste último puede disolverse progresivamente, a medida que aumenta el tiempo de exposición (García, 2010, p. 13).

La transferencia de energía mecánica al sistema gota de líquido/sustrato sólido (por ejemplo, mediante vibración) causa una disminución irreversible del ángulo de contacto en el tiempo, particularmente a altos niveles de potencia y frecuencia en la fuente (García, 2010, p. 13).

## CAPÍTULO III

### 3. MARCO METODOLÓGICO

#### 3.1. Tipo de investigación

La presente investigación es de tipo experimental cuyo objetivo es aplicar el electrohilado como técnica para fabricar nanofibras poliméricas de polimetilmetacrilato. En primer lugar, se desea establecer las condiciones idóneas y favorables para aplicar la técnica.

#### 3.2. Localización de estudio

El estudio se realizó en las instalaciones de la Universidad Yachay Tech, cuyas coordenadas son:

**Tabla 7-3.** Coordenadas de la Universidad Yachay Tech

Dirección postal: Hacienda San José s/n y Proyecto Yachay, Imbabura, San Miguel de Urucuquí, 100115	
Latitud	Longitud
0,40455° o 0° 24' 16" norte	-78,17485° o 78° 10' 29" oeste

Fuente: Barrionuevo, Daniela, 2022.

Realizado por: Barrionuevo, Daniela, 2022.

La ubicación de las inmediaciones se puede apreciar en la (Ilustración 18-3):



**Ilustración 18-3.** Ubicación de la Universidad de Yachay, provincia de Imbabura, cantón San Miguel de Urucuquí.

Fuente: Google maps, 2022.

### **3.3. Población de estudio**

La población de estudio corresponde a las fibras de PMMA que serán obtenidas mediante el método de Electrospinning, se realizará en la Universidad de Yachay Tech en el cantón San Miguel de Urcuquí, provincia de Imbabura, en el Laboratorio de Biomateriales.

### **3.4. Selección de la muestra**

La muestra seleccionada es una muestra no probabilística debido a que se desconoce la composición y la porosidad de las fibras poliméricas que serán obtenidas mediante la técnica de electrospinning.

### **3.5. Técnicas de recolección de datos**

En el presente trabajo de integración curricular los datos son recolectados de manera experimental mediante el uso de reactivos, materiales y equipos de laboratorio, en donde se obtiene toda la información que es indispensable para realizar los análisis posteriores y comparaciones con otros estudios previos.

### **3.6. Metodología utilizada en este estudio**

#### ***3.6.1. Esterilización de los materiales***

Para desarrollar correctamente el proceso, es importante lavar todos los materiales con agua, jabón y con la ayuda de un cepillo de cerdas suaves procurando enfocarse en las esquinas, bordes, laterales y fondo de cada material haciendo bastante espuma. Después, se coloca en la estufa cuidadosamente previamente precalentada a 60°C por un tiempo de 20 minutos para su esterilización. Posteriormente, con la ayuda de guantes de nitrilo, se sacan los materiales de la estufa con mucha precaución y se colocan sobre una franela limpia y seca hasta que se enfríen. Luego en la Sorbona, se prepara una solución de agua regia con Ácido Clorhídrico (HCl) y Ácido Nítrico ( $HNO_3$ ) en relación 3:1, respectivamente, utilizando correctamente cofia, mascarilla antigases y los guantes de nitrilo que son resistentes a ácidos, con mucho cuidado de no derramar, enjuagar el material en la Sorbona con el agua regia ya preparada, esto es para eliminar todos los residuos que hayan quedado en el material. Finalmente se realiza tres lavados con agua destilada y se coloca en la estufa a 60°C por 20 minutos.

### 3.6.2. Síntesis de las fibras de PMMA

**Tabla 8-3.** Síntesis de las fibras de PMMA

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"><li>• Frasco de vidrio con tapa azul</li><li>• Imán</li><li>• Pipeta graduada</li><li>• Pera de succión</li><li>• Varilla de agitación</li><li>• Termoagitador magnético</li><li>• Balanza analítica</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• PMMA Mw de 120.000 Sigma Aldrich (Propios ingresos)</li><li>• Diclorometano (Proporcionado por la Universidad Experimental Yachay Tech)</li></ul>
Procedimiento	
<ul style="list-style-type: none"><li>• Se pesó en la balanza 2 g del polímero PMMA y se colocó junto al imán en un frasco de tapa azul.</li><li>• Con una pipeta graduada de 10 ml, se tomó 10 ml de diclorometano y se colocó en el frasco.</li><li>• Considerando el punto de ebullición del soluto y solvente, se consideró calentar la solución en el termoagitador magnético a una temperatura de 60°C a 600 RPM durante 6 horas.</li><li>• Una vez culminado ese tiempo, se obtuvo una solución transparente de baja viscosidad.</li></ul>	

**Fuente:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

**Realizado por:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

### 3.6.3. Aplicación del método de Electrospinning

#### 3.6.3.1. Funcionamiento del método de Electrospinning

**Tabla 9-3.** Proceso del método de Electrospinning

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"><li>• Spraybase Syringe Pump A-0004-0001-01</li><li>• Spraybase Power Supply Controller A-0047-0001-01</li><li>• Computadora</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Solución de PMMA</li></ul>
<b>Procedimiento</b>	
<ul style="list-style-type: none"><li>• Para cada muestra, se encendió la computadora, la bomba y el sistema de alto voltaje.</li><li>• A continuación, se abrió el software donde se coloca los parámetros como la velocidad de flujo y el diámetro de la jeringa.</li><li>• Posteriormente, se colocó la solución en la jeringa de 10 ml conectada al capilar que a su vez se conecta con la aguja, la cual se coloca a una distancia de 10 cm del colector conectado, todo se enfoca correctamente con la cámara encendida y la iluminación dependiendo de la posición de la aguja.</li><li>• Se comprueba que se visualice correctamente en el software, luego ya con todo preparado se cierra la cabina, se configura el inicio de la bomba y al momento que se forma la gota se empieza a aumentar el voltaje para que con la carga que se le da a la gota se pueda formar el cono de Taylor y de esta manera pueda verse como se desprenden pequeños hilos que fueron vistos gracias al zoom de la cámara y así obtener las fibras de PMMA que se recoge en el colector.</li></ul>	

**Fuente:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

**Realizado por:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

### 3.6.4. Caracterización de las fibras

Para analizar las 5 muestras obtenidas del proceso de Electrospinning, es necesario su caracterización, la cual se realizará mediante dos métodos:

#### 3.6.4.1. Determinación de grupos funcionales mediante espectroscopía de infrarrojo

La espectroscopia de infrarrojo es comúnmente utilizada en investigaciones debido a que presenta un método relativamente fácil de obtener información directa sobre los cambios químicos que ocurren durante los tratamientos químicos.

En este trabajo de integración curricular se utiliza el Espectrofotómetro de Infrarrojo (Agilent Cary 630 FTIR) para la determinación de grupos funcionales de las 5 muestras de fibras de PMMA. A continuación, se describen los pasos a seguir para la utilización del equipo:

**Tabla 10-3.** Método para determinar grupos funcionales por espectroscopía de infrarrojo

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Espectrofotómetro FTIR</li> <li>• Algodón</li> <li>• Pipeta pasteur</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Alcohol antiséptico</li> </ul>
Procedimiento	
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Encender el equipo.</li> <li>2. Ejecutar el programa MicroLab PC</li> <li>3. Limpiar con alcohol y algodón la superficie donde se coloca la muestra (ubicada en la parte interior central del equipo).</li> <li>4. Una vez verificada la ausencia de sustancias en el área de muestra realizar el “Background”, para lo cual se debe cerrar la tapa del equipo y presionar el botón STAR ubicado en la parte frontal del mismo.</li> <li>5. Abrir de nuevo la tapa del equipo y realizar el barrido espectral colocando la muestra sobre el cristal del área de muestra, cerrar la tapa y pulsar STAR.</li> <li>6. Procesar el espectro utilizando el programa Agilent Technologies.</li> <li>7. Identificar los picos más relevantes presentes en la gráfica.</li> <li>8. Guardar los datos del espectro para su posterior análisis.</li> <li>9. Abrir la tapa del equipo, limpiar con alcohol y algodón el área donde se colocó la muestra.</li> <li>10. Cerrar los programas empleados y apagar el equipo.</li> </ol>	

**Fuente:** Manual de operación del Espectrofotómetro Infrarrojo Agilent Cary 630 FTIR, YACHAY TECH.

**Realizado por:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

### 3.6.4.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El SEM es un microscopio que utiliza electrones para formar imágenes de alta resolución, para lo cual el equipo posee un cañón de electrones en una columna que opera al vacío, donde se genera un haz de electrones que interactúan con la superficie de la muestra analizada, estas interacciones producen señales que son registradas, procesadas y visualizadas en el medio final de observación que es el monitor de la computadora (Ipohorski y Bozzano, 2013, p. 46).

Se utilizó el microscopio electrónico de barrido JEOL SEM JSM-IT100 que se encuentra en la Facultad de Mecánica, en el Laboratorio de Materiales de la ESPOCH, en donde se examinaron las cinco muestras de PMMA para analizar su morfología.

Para la visualización en el microscopio, las muestras que deben haber sido previamente secadas se colocaron en un porta muestras de aluminio que tiene forma circular y para la observación se utilizó un voltaje de 15.0 kV

Consecutivamente las imágenes obtenidas del SEM se analizaron en el software de procesamiento de imágenes ImageJ, que fue desarrollado por National Institutes of Health de Estados Unidos con el objetivo de determinar el diámetro de las fibras.

**Tabla 11-3.** Procedimiento para el uso del SEM

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Microscopio electrónico de barrido</li> <li>• Porta muestras de aluminio</li> <li>• Cinta de carbono</li> </ul>	
Procedimiento	
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Preparación de las muestras a analizar.</li> <li>2. Colocación de cada muestra en la cámara porta muestra del SEM.</li> <li>3. Generación del vacío (alto, medio o bajo).</li> <li>4. Determinación del voltaje</li> <li>5. Enfoque de la estructura de interés</li> <li>6. Optimización de los parámetros en el SEM.</li> <li>7. Adquisición de la imagen de la muestra analizada.</li> <li>8. Almacenamiento de las imágenes en una USB.</li> </ol>	

**Fuente:** Laboratorio de Materiales, ESPOCH.

**Realizado por:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

### 3.6.4.3. Ángulo de Contacto

Es el ángulo que forma la superficie de un líquido al entrar en contacto con una superficie sólida. El valor del ángulo de contacto depende especialmente de la relación que existe entre las fuerzas adhesivas del sólido y líquido y de las fuerzas cohesivas del líquido, esto depende de la “Mojabilidad” que es la capacidad de los sólidos para formar interfases con los líquidos, lo cual viene determinado por el ángulo de contacto (García, 2010, p. 8).

El ángulo de contacto se determinó en el Software Kinovea del Laboratorio de Física de la Universidad de Yachay. A continuación, se describe el proceso de obtención:

**Tabla 12-3.** Procedimiento para determinar el ángulo de contacto

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"><li>• Pipeta graduada en microlitros</li><li>• Computador portátil</li><li>• Muestras de las fibras de PMMA</li><li>• Cámara de gota</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Agua</li><li>• Colorante azul</li></ul>
Procedimiento	
<ol style="list-style-type: none"><li>1. Preparación de las muestras a analizar.</li><li>2. Colocar una gota de agua con colorante azul con la ayuda de una pipeta en microlitros.</li><li>3. Utilizar el software Kinovea que se encuentra conectado a una cámara de gota.</li><li>4. Tomar varias imágenes para visualizar el comportamiento de la gota en el fragmento de membrana.</li></ol>	

**Fuente:** Laboratorio de Física, YACHAY TECH.

**Realizado por:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

## CAPÍTULO IV

### 4. MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

#### 4.1. Procesamiento, análisis e interpretación de resultados

##### 4.1.1. Caracterización de las nanofibras

##### 4.1.1.1. Determinación de nanofibras de PMMA

**Tabla 13-4.** Variables obtenidas de las 5 muestras de nanofibras de PMMA

VARIABLES O FACTORES	TIPOS DE MUESTRAS				
	1	2	3	4	5
Diámetro interior de jeringa (cm)	15,9	15,9	15,9	15,9	15,9
Distancia de la aguja al colector (cm)	10	10	10	10	10
Diámetro de la aguja (mm)	1,2	1,2	0,9	0,9	0,9
Velocidad de flujo (ml/h)	0,3	0,3	0,2	0,1	0,2
Temperatura (°C)	18,7	18,7	19,1	18,6	18,6
Humedad (%RH)	48	48	57	45	45
Voltaje (kv)	15,97	12,57	8,61	5,39	12,57
Potencial hidrógeno (pH)	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5

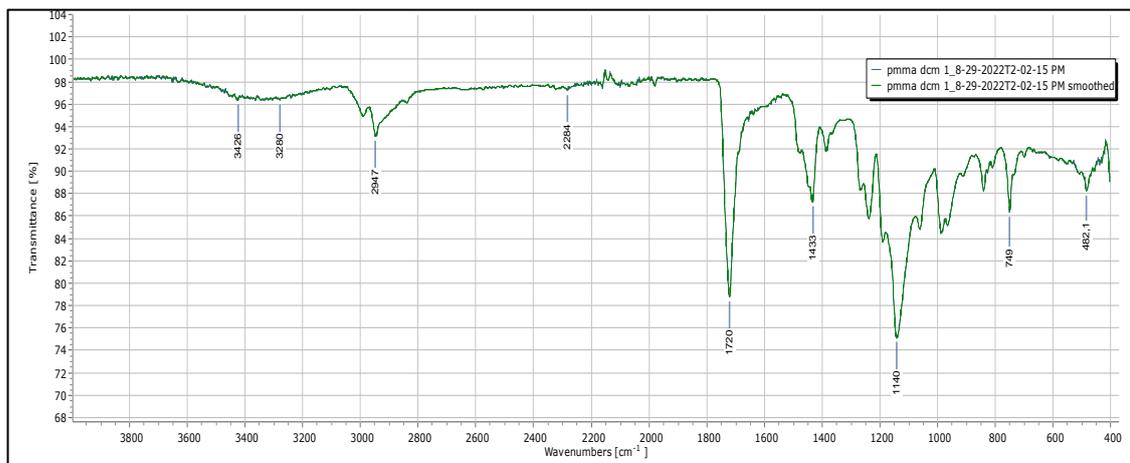
Realizado por: Barrionuevo, Daniela, 2022.

#### 4.2. Discusión

##### 4.2.1. Espectroscopia de Infrarrojo de las fibras de polimetilmetacrilato (PMMA)

A continuación, se presenta el análisis de los espectros de las fibras de polimetilmetacrilato analizadas en el espectrofotómetro de infrarrojo.

#### 4.2.1.1. Muestra 1



**Ilustración 19-4.** Muestra 1 en FTIR

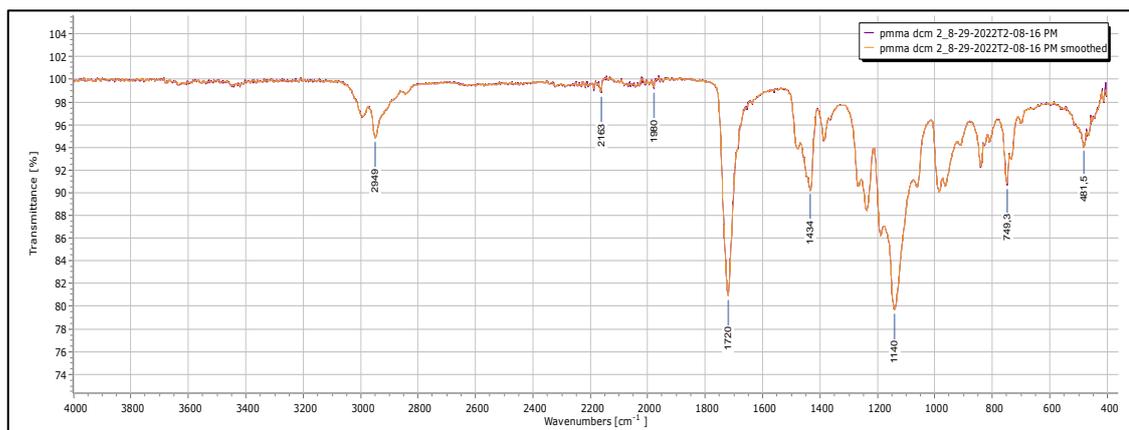
**Fuente:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

Se observan dos picos leves de  $3426$  y  $3280\text{ cm}^{-1}$  que corresponde al grupo  $\text{-OH}$  que se encuentra presente en el polímero polimetilmetacrilato (PMMA) (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

Luego aparece un pico un poco más pronunciado de  $2947\text{ cm}^{-1}$  en donde se detecta el estiramiento de los enlaces C-H de los compuestos alifáticos presentes en el polímero PMMA ( $\text{C}_5\text{O}_2\text{H}_8$ )<sub>n</sub> y en el diclorometano.  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . El pico de  $2284\text{ cm}^{-1}$  se asigna al estiramiento antisimétrico del enlace C-O del PMMA (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

Aparece un pico ancho e intenso de  $1720\text{ cm}^{-1}$  que se asocia al estiramiento H-O-H que indica la presencia de la molécula de agua. A continuación, se visualiza un pico poco pronunciado de  $1433\text{ cm}^{-1}$  que hace referencia al enlace OH del ácido carboxílico presente en el PMMA. Posteriormente se observa un pico de gran tamaño de  $1140\text{ cm}^{-1}$  presente en el enlace C-O-C del PMMA, después sigue un pico de  $749\text{ cm}^{-1}$  que representa a un balanceo de  $\text{CH}_2$  en las cadenas de metileno del polimetilmetacrilato y el diclorometano cuya intensidad depende de la longitud de la cadena. Finalmente aparece un pico de  $482,1\text{ cm}^{-1}$  que representa a los compuestos clorados como es el caso del diclorometano  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (Shurvell, 2002, pp. 9-14).

#### 4.2.1.2. Muestra 2



**Ilustración 20-4.** Muestra 2 en FTIR

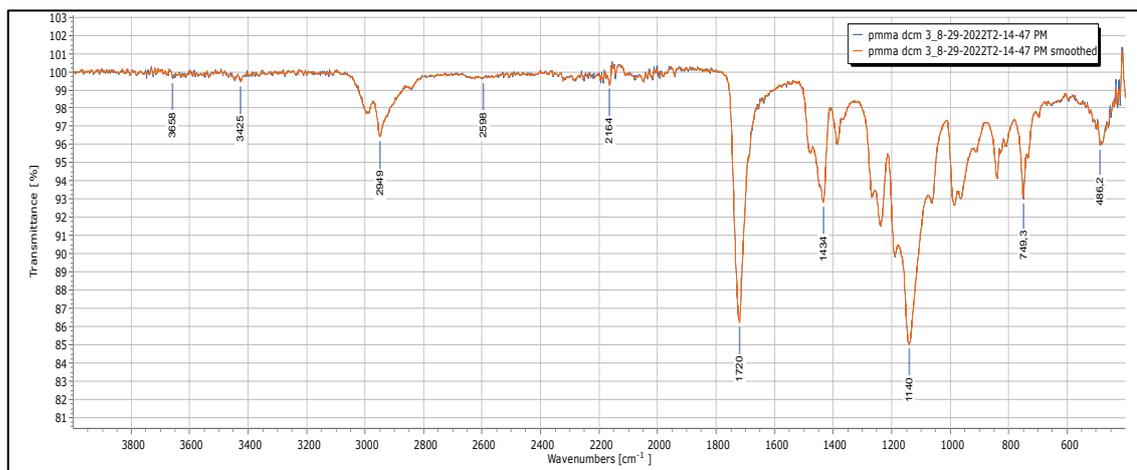
**Fuente:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

En la gráfica se observa un pico de baja intensidad de  $2949\text{ cm}^{-1}$  que corresponden al estiramiento de los enlaces C-H de los compuestos alifáticos que están presentes en el diclorometano y PMMA ya que en su estructura posee moléculas de carbono e hidrógeno (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

Se visualiza un pico de  $2163$  y  $1980\text{ cm}^{-1}$  que hacen referencia al enlace C-C del PMMA. Además, se localiza un pico cuyo valor es  $1720\text{ cm}^{-1}$  que se atribuye al estiramiento H-O-H que indica la presencia de la molécula de agua (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

Después se observa un pico de  $1434\text{ cm}^{-1}$  que hace referencia al enlace OH del ácido carboxílico presente en el PMMA, le sigue un pico prolongado e intenso de  $1140\text{ cm}^{-1}$  que representa a los grupos hidroxilo. Posteriormente encontramos un pico pequeño de  $749.3\text{ cm}^{-1}$  que representa a un balanceo de  $CH_2$  en las cadenas de metileno del polimetilmetacrilato y el diclorometano cuya intensidad depende de la longitud de la cadena. Finalmente se puede encontrar un pico de  $481.5\text{ cm}^{-1}$  que representa a los compuestos clorados como es el caso del diclorometano  $CH_2Cl_2$  (Shurvell, 2002, pp. 9-14).

### 4.2.1.3. Muestra 3



**Ilustración 21-4.** Muestra 3 en FTIR

Fuente: Barrionuevo, Daniela, 2022.

Inicialmente se observa un pico de baja intensidad de  $3658$  y  $3425\text{ cm}^{-1}$  que pertenece al grupo -OH que se encuentra en el polímero polimetilmetacrilato (PMMA) (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

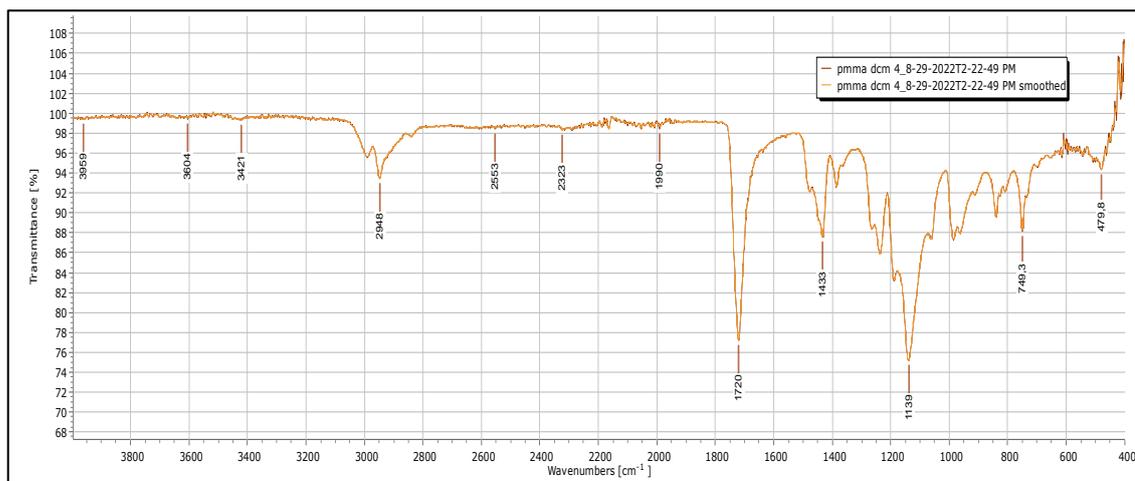
A continuación, se muestra un pico de  $2949\text{ cm}^{-1}$  que corresponden al estiramiento de los enlaces C-H de los compuestos alifáticos que están presentes en el diclorometano y PMMA ya que en su estructura posee moléculas de carbono e hidrógeno (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

Los picos de  $2596$  y  $2164\text{ cm}^{-1}$  detectan el enlace C-C del PMMA. Luego se visualiza un pico alargado cuyo valor es  $1720\text{ cm}^{-1}$  que se atribuye al estiramiento H-O-H que indica la presencia de la molécula de agua (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

El pico ubicado en la región de  $1434\text{ cm}^{-1}$  que hace referencia al enlace OH del ácido carboxílico presente en el PMMA. Se observa una región de  $1140\text{ cm}^{-1}$  que representa a los grupos hidroxilo (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

Consecutivamente encontramos un pico pequeño de  $749.3\text{ cm}^{-1}$  que pertenece al grupo metileno ( $-CH_2-$ ) propio del polimetilmetacrilato y diclorometano, el grupo está unido al mismo átomo de carbono y da una buena indicación de la presencia de un grupo isopropilo o terc-butilo y finalmente está el pico de  $486.2\text{ cm}^{-1}$  que representa a los compuestos clorados como es el caso del diclorometano  $CH_2Cl_2$  (Shurvell, 2002, pp. 9-14).

#### 4.2.1.4. Muestra 4



**Ilustración 22-4.** Muestra 4 en FTIR

Fuente: Barrionuevo, Daniela, 2022.

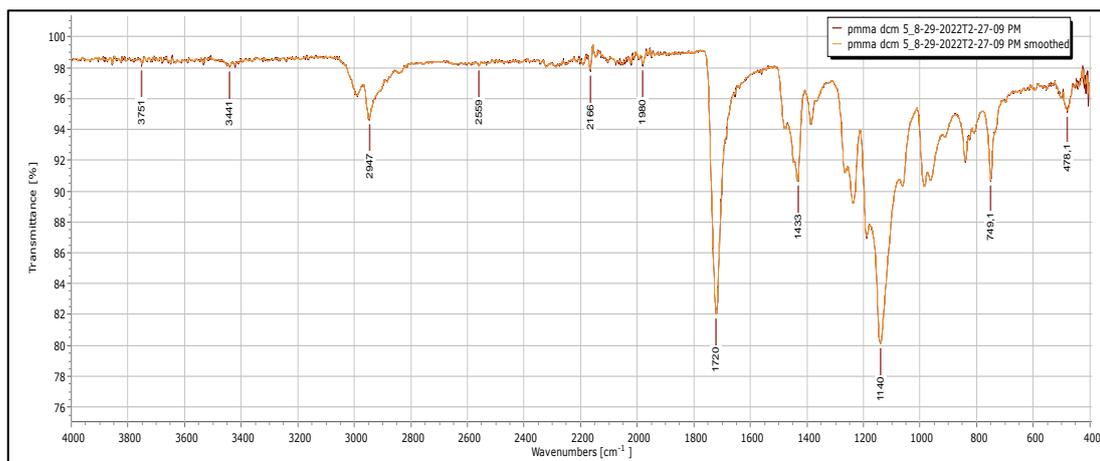
Se observa tres regiones pequeñas del espectro infrarrojo de  $3959$ ,  $3604$  y  $3421\text{ cm}^{-1}$  que corresponde al grupo  $\text{-OH}$  que se encuentra en el polímero polimetilmetacrilato (PMMA) (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

se muestra un pico de  $2949\text{ cm}^{-1}$  que corresponden al estiramiento de los enlaces  $\text{C-H}$  de los compuestos alifáticos que están presentes en el diclorometano y PMMA. A continuación, se presentan los picos de  $2553$ ,  $2323$  y  $1990\text{ cm}^{-1}$  en donde se detecta el enlace  $\text{C-C}$  del PMMA (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

Luego se visualiza un pico alargado cuyo valor es  $1720\text{ cm}^{-1}$  que se atribuye al estiramiento  $\text{H-O-H}$  que indica la presencia de la molécula de agua (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

El pico encontrado en la región de  $1433\text{ cm}^{-1}$  hace referencia al enlace  $\text{OH}$  del ácido carboxílico presente en el PMMA. A continuación, se muestra un pico más amplio de  $1139\text{ cm}^{-1}$  presente en el enlace  $\text{C-O-C}$  del PMMA, luego se puede observar uno más pequeño de  $749,3\text{ cm}^{-1}$  que pertenece al grupo metileno ( $\text{-CH}_2\text{-}$ ) propio del polimetilmetacrilato y diclorometano. Finalmente se puede ver el pico de la región  $479,8\text{ cm}^{-1}$  que representa a los compuestos clorados como es el caso del diclorometano  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (Shurvell, 2002, pp. 9-14).

#### 4.2.1.5. Muestra 5



**Ilustración 23-4.** Muestra 5 en FTIR

**Fuente:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

La muestra 5 contiene una región inicial de 3751 a 3441 que compone al grupo -OH localizado en el polímero polimetilmetacrilato (PMMA) (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

Luego se puede visualizar un pico pequeño de  $2947\text{ cm}^{-1}$  que corresponden al estiramiento de los enlaces C-H de los compuestos alifáticos que están presentes en el diclorometano y PMMA. Posteriormente aparecen tres picos ubicados en  $2559$ ,  $2166$  y  $1980\text{ cm}^{-1}$  en donde se detecta el enlace C-C del PMMA (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

La banda ubicada en la región de  $1720\text{ cm}^{-1}$  que pertenece al estiramiento H-O-H que indica la presencia de la molécula de agua (Shurvell, 2002, pp. 9-26).

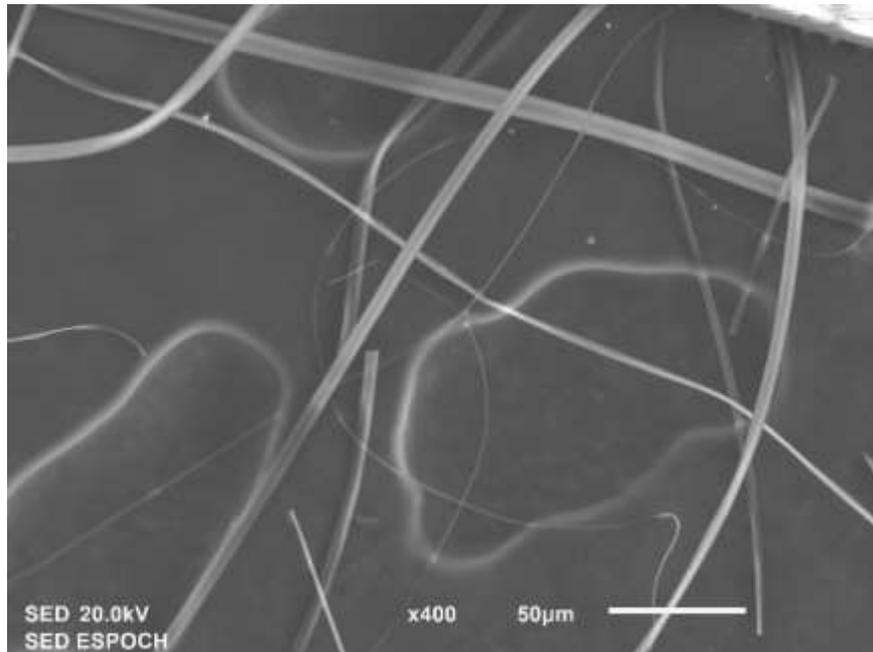
Además, el pico encontrado en la región de  $1433\text{ cm}^{-1}$  que también se ha presentado en las muestras anteriores, corresponde al enlace OH del ácido carboxílico presente en el PMMA. Después se visualiza un pico alargado de  $1140\text{ cm}^{-1}$  que representa a los grupos hidroxilo, después aparece una banda más pequeña de  $749,1\text{ cm}^{-1}$  que localiza a un balanceo de  $\text{CH}_2$  en las cadenas de metileno del polimetilmetacrilato y el diclorometano cuya intensidad depende de la longitud de la cadena. Al final se ubica una región de  $478,1\text{ cm}^{-1}$  que relaciona a los compuestos clorados como es el caso del diclorometano  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (Shurvell, 2002, pp. 9-14).

#### 4.2.2. Análisis SEM (Microscopía electrónica de barrido)

La caracterización mediante Microscopía electrónica de barrido (SEM), se realizó en la Facultad de Mecánica en el Laboratorio de Materiales, ubicado en la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Posteriormente, se observa las imágenes SEM de cada muestra, con un lente x400, a una escala de 50  $\mu\text{m}$  y con una potencia de 20 kv.

##### 4.2.2.1. Muestra 1



**Ilustración 24-4.** Muestra 1 en SEM

**Fuente:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

La caracterización mediante Microscopía electrónica de barrido (SEM), se realizó en la Facultad de Mecánica en el Laboratorio de Materiales, ubicado en la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

En la (Ilustración 6-4) se observa la imagen de las fibras obtenidas mediante SEM de la muestra 1 con un lente x400, a una escala de 50  $\mu\text{m}$  y con una potencia de 20 kV, estos parámetros estuvieron presentes en el análisis de cada muestra. Se puede apreciar la presencia de nanofibras ultrafinas y dispersas, haciendo una comparación con el estudio de (Zhao, 2014, p. 4), en donde varía el voltaje en un rango de 12 a 18 kV los poros de las nanofibras son de forma circular y no suelen cambiar el tamaño, pero al incrementarse el voltaje más de 18 kV, hay un gran número de fibras delgadas que aparecen con un diámetro de aproximadamente 1.2  $\mu\text{m}$ , que es el caso del presente estudio.

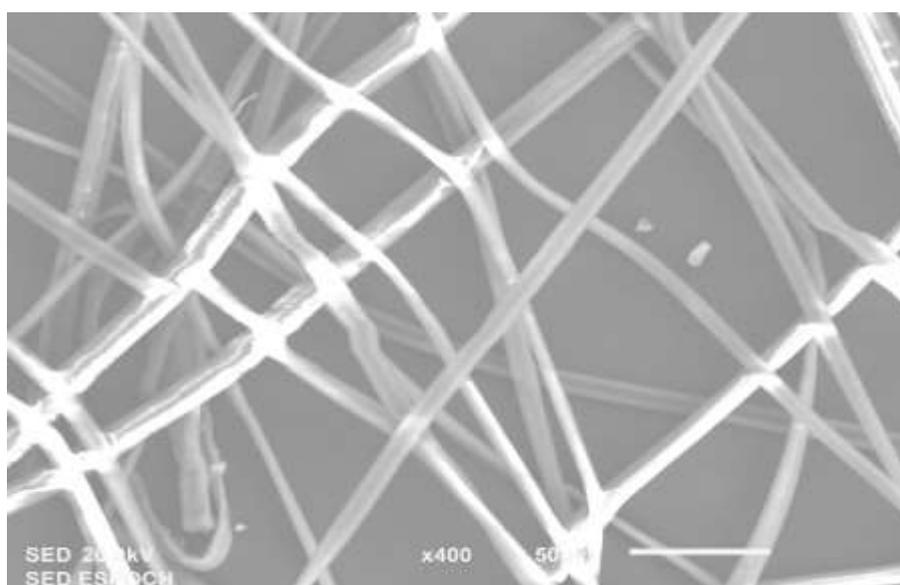
**Tabla 14-4.** Ángulo y diámetro de 12 fibras de SEM  
(Muestra1)

Fibras	Ángulo (grados)	Diámetro ( $\mu m$ )
1	-22.249	5.942
2	-26.565	6.149
3	67.574	8.519
4	-19.179	6.088
5	-20.283	6.13
6	-1.302	5.501
7	12.065	3.579
8	-167.005	6.671
9	-110.186	9.056
10	-13.496	3.214
11	0	5.5
12	10.886	3.31
<b>PROMEDIO</b>	<b>-24.145</b>	<b>6.080</b>

Realizado por: Barrionuevo, Daniela, 2022.

En la (Tabla 2-4) se visualiza un diámetro máximo de  $9.056 \mu m$ , mientras que el mínimo es  $3.214 \mu m$ , teniendo así un promedio de  $6.080 \mu m$ , datos que se obtuvieron con un solo lente de  $\times 400$ ; mientras que en la tesis de (Castillo, 2022, p. 27) realiza las medidas con tres lentes, en donde el que más se aproxima al presente estudio es el lente de  $\times 220$ , cuyos valores máximo fue de 31156 y el mínimo fue 11865 y el promedio calculado fue 23771, por lo tanto, se notó una diferencia más grande debido a que en este trabajo se realizó la obtención de fibras de PMMA mediante Rotary Jet Spinning

#### 4.2.2.2. Muestra 2



**Ilustración 25-4.** Muestra 2 en SEM

Fuente: Barrionuevo, Daniela, 2022.

En la (Ilustración 7-4) se analiza las nanofibras obtenidas de la muestra 2, en donde se visualiza que se encontraron fibras delgadas y se encuentran entrecruzadas entre sí que realizando un análisis con el trabajo de investigación de (Zhao 2014, p. 5) en donde muestran los resultados de una solución de PMMA al 20% con un caudal de alimentación de 1.2 ml.h en donde las nanofibras revelan una buena uniformidad con fibras continuas, las cuales aumentaron con el incremento de voltaje, la alta aceleración por el aumento del voltaje conduce a un menor estiramiento del campo eléctrico, lo que hace que el diámetro sea mayor.

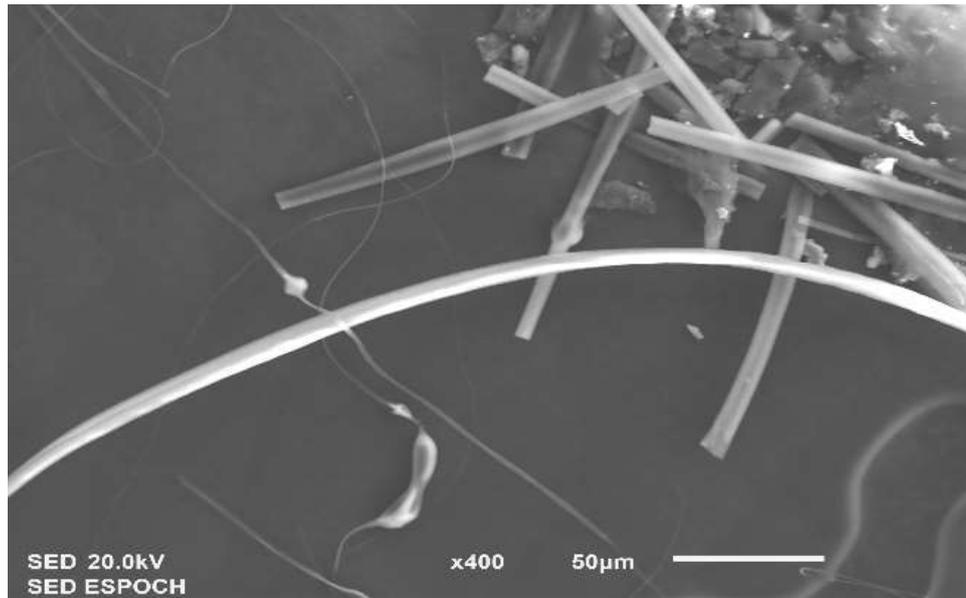
**Tabla 15-4.** Ángulo y diámetro de 12 fibras de SEM  
(Muestra 2)

Fibras	Ángulo (grados)	Diámetro ( $\mu m$ )
1	-19.093	10.369
2	-135.000	7.995
3	-108.970	8.502
4	-145.176	7.040
5	17.819	7.390
6	-32.829	9.269
7	52.334	9.046
8	7.237	7.978
9	-126.634	6.106
10	19.654	7.470
11	29.846	8.835
12	0.000	7.663
<b>PROMEDIO</b>	<b>-40.074</b>	<b>8.139</b>

Realizado por: Barrionuevo, Daniela, 2022.

En la (Tabla 3-4) se visualiza un diámetro máximo de 10.369  $\mu m$ , mientras que el mínimo es 7.040  $\mu m$ , obteniendo un promedio de 8.139  $\mu m$  que es mayor que la muestra 1 y según la explicación de (Zhao 2014, p. 5), el aumento de las nanofibras genera inestabilidad en el cono de Taylor que da como resultado la dispersión incontrolada de las fibras y la coexistencia de fibras grandes y diminutas, en la muestra 2 ocurre algo similar; por ello este no es el mejor resultado que se obtuvo.

#### 4.2.2.3. Muestra 3



**Ilustración 26-4.** Muestra 3 en SEM

**Fuente:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

En la (Ilustración 8-4), se relaciona a la muestra 3, se distinguen nanofibras en forma de tubo cilíndrico, las cuales son cortas y de diámetro mayor que se asemeja al estudio de (Zhao 2014, p. 4), los poros en la superficie de las nanofibras son todos circulares sin cambios de tamaño cuando el voltaje aplicado varía de 12 a 18 kV. Las imágenes transversales de las fibras de PMMA sugieren que los nanoporos son poco profundos y no están conectados internamente entre sí, por lo tanto, las nanofibras tienen núcleos sólidos.

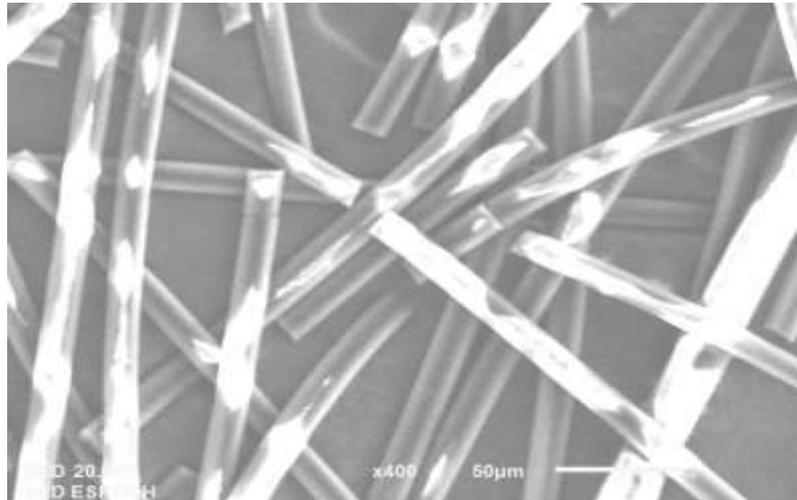
**Tabla 16-4.** Ángulo y diámetro de 12 fibras de SEM  
(Muestra 3)

Fibras	Ángulo (grados)	Diámetro ( $\mu\text{m}$ )
1	-56.944	9.443
2	-12.265	5.914
3	-64.323	7.248
4	-126.304	7.638
5	-8.569	9.274
6	-145.081	8.120
7	-110.674	7.116
8	-117.031	6.911
9	-5.274	8.200
10	-1.614	8.923
11	-135.725	7.018
12	-112.620	6.533
<b>PROMEDIO</b>	<b>-74.702</b>	<b>7.695</b>

**Realizado por:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

En la (Tabla 4-4) se visualiza un diámetro máximo de  $9.443 \mu m$ , mientras que el mínimo es  $5.914 \mu m$ , obteniendo un promedio de  $7.695 \mu m$ , que es mayor que la muestra 1, estos valores indican un decremento del diámetro de las nanofibras lo cual es mejor para aumentar su estabilidad.

#### 4.2.2.4. Muestra 4



**Ilustración 27-4.** Muestra 4 en SEM

**Fuente:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

En la (Ilustración 9-4), que representa a la muestra 4 y tiene una similitud con la muestra 2 pero con la diferencia que aquí observamos más nanofibras un poco más gruesas, dispersas y entrecruzadas entre sí, lo cual genera una porosidad mayor.

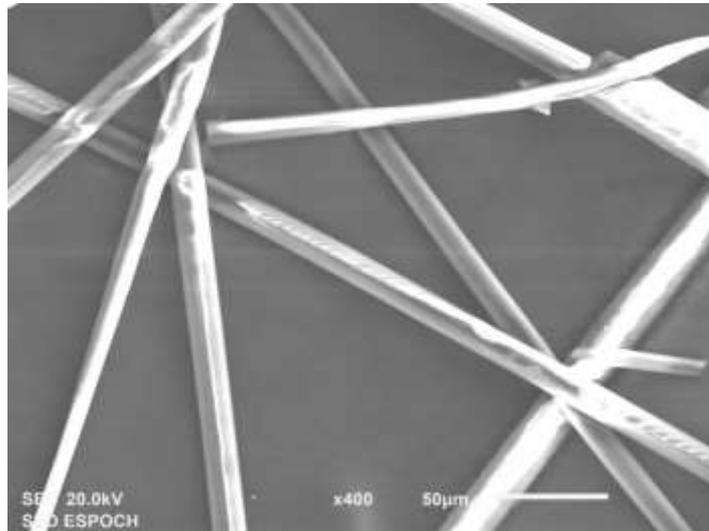
**Tabla 17-4.** Ángulo y diámetro de 12 fibras de SEM  
(Muestra 4)

Fibras	Ángulo (grados)	Diámetro ( $\mu m$ )
1	30.964	14.688
2	19.026	15.454
3	16.189	16.262
4	46.397	14.610
5	-65.225	14.426
6	18.435	15.931
7	-135.000	17.811
8	-20.772	15.625
9	-139.635	13.224
10	32.152	15.620
11	-102.529	13.934
12	-17.199	16.612
<b>PROMEDIO</b>	<b>-26.433</b>	<b>15.350</b>

**Realizado por:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

En la (Tabla 5-4) se visualiza un diámetro máximo de  $17.811 \mu m$ , mientras que el mínimo es  $13.224 \mu m$ , obteniendo un promedio de  $15.350 \mu m$ ; por lo tanto, se tiene fibras más grandes que las muestras anteriores que en comparación al trabajo de (Zhao 2014, p. 6) con una imagen SEM similar a la presente muestra, en donde ocurrió la formación de fibras porosas con un promedio de 15,35 que es igual al que se obtuvo en la muestra 4, las muestras se prepararon de una solución de PMMA al 20 % y las imágenes SEM de estas muestras se muestran esteras orientadas al azar con fibras de uniforme diámetro se obtuvieron con el sistema binario.

#### 4.2.2.5. Muestra 5



**Ilustración 28-4.** Muestra 5 en SEM

**Fuente:** Barrionuevo, Daniela, 2022.

En esta muestra observada en la (Ilustración 10-4), se observan nanofibras con un grosor mayor similares a la muestra 4 en donde se obtuvieron resultados similares, aquí se encuentra un poco de porosidad entre las fibras dispersas y entrecruzadas entre sí.

**Tabla 18-4.** Ángulo y diámetro de 12 fibras de SEM  
(Muestra 5)

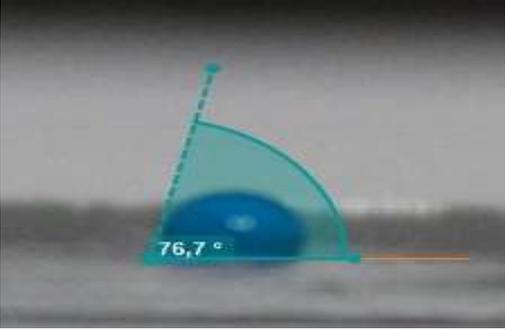
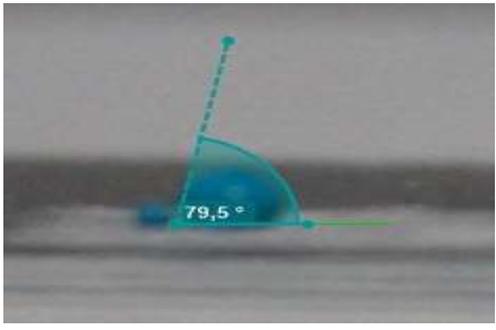
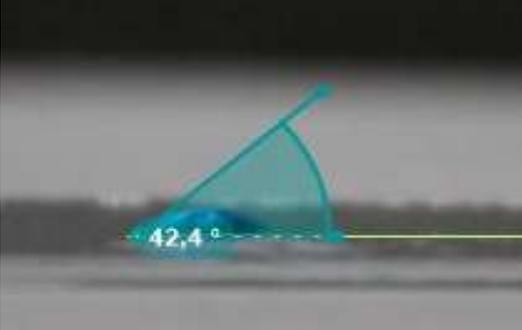
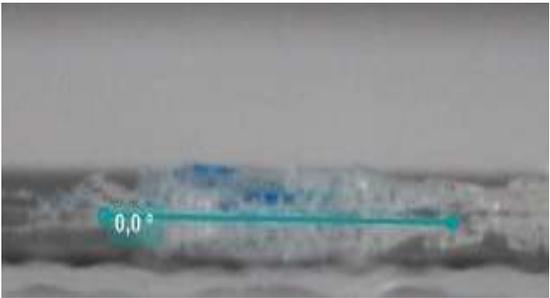
Fibras	Ángulo (grados)	Diámetro ( $\mu m$ )
1	-44.029	15.805
2	6.483	16.774
3	-118.496	15.085
4	33.232	13.133
5	-84.094	11.043
6	31.264	12.408
7	-128.234	15.914
8	-148.496	13.772
9	-117.216	14.908
10	3.991	16.327
11	-114.444	13.731
12	-118.610	14.239
<b>PROMEDIO</b>	<b>-66.554</b>	<b>14.428</b>

Realizado por: Barrionuevo, Daniela, 2022.

En la (Tabla 6-4) se visualiza un diámetro máximo de  $16.774 \mu m$ , mientras que el mínimo es  $11.043 \mu m$ , obteniendo un promedio de  $14.428 \mu m$  que es un valor similar a la muestra 4, lo que indica de igual manera una porosidad mayor entre nanofibras.

#### **4.2.3. Estudio del Ángulo de Contacto**

Este estudio se llevó a cabo con la utilización de una pipeta graduada de 10 microlitros, en donde, se tomó una gota de 3 microlitros de cada muestra. Las imágenes obtenidas se muestran a continuación:

Muestra 1	Muestra 2
	
Muestra 4	Muestra 5
	
Muestra 3	
	

**Ilustración 29-4.** Ángulos de contacto de las muestras 1, 2, 3, 4 y 5.

Fuente: Barrionuevo, Daniela, 2022.

En la (Ilustración 11-4), podemos analizar el ángulo de contacto de cada muestra, en donde podemos observar que la Muestra 1 y la Muestra 2 presentan cierta similitud ya que la medida de sus ángulos de contacto fueron  $76,7$  y  $79,5^\circ$  respectivamente, esto quiere decir que son hidrófobos lo cual indica que el grado de mojabilidad es alto con respecto de las fuerzas intermoleculares debido a que en el sólido es fuerte y en el líquido es débil. A continuación, se puede ver que la Muestra 3 tiene un ángulo de  $0$  grados al ser un ángulo menor a  $10$  se le puede considerar como

súper-hidrófilo, en cambio, la Muestra 4 y 5 tienen un ángulo mayor a 10 pero menor a 90 por lo tanto se consideran hidrófilos.

## CONCLUSIONES

- Se utilizó la técnica de electrohilado (electrospun) para lo cual primero se preparó la solución polimérica a una concentración de 20% wt y posterior a ello se realizó mediante el método de Electrospinning, en donde se utilizó el equipo Spraybase Syringe Pump A-0004-0001-01, Spraybase Power Supply Controller A-0047-0001-01, a través el cual se obtuvieron fibras de PMMA que se separaron en 5 muestras, concluyendo que la concentración del polímero influye en la formación de nanofibras.
- Se obtuvieron fibras de PMMA de 5 muestras; en donde en la muestra 1 existe la presencia de nanofibras ultrafinas y dispersas con una menor porosidad, la muestra 2 confirmó que se encuentran fibras numerosas, delgadas y entrecruzadas con baja porosidad, pero mayor que en la muestra 1, la muestra 3 se trata de nanofibras en forma de tubo cilíndrico, las cuales son cortas y de diámetro mayor por lo tanto tiene una porosidad más alta. Finalmente, la muestra 4 y 5 fueron similares ya que se obtuvieron nanofibras gruesas, dispersas y entrecruzadas entre sí, lo cual genera una porosidad mayor que las anteriores muestras, concluyendo que se obtuvieron mejores resultados en la muestra 1 ya que tiene menor porosidad entre fibras.
- Se caracterizó la morfología, estructura y propiedades mecánicas de las fibras de PMMA mediante Espectroscopia de Infrarrojo, en donde en el análisis de cada muestra en el Espectrofotómetro de Infrarrojo, se observaron los grupos funcionales característicos del PMMA los más predominantes fueron los grupos  $-OH$  y  $-CH$ , en el diclorometano se encontraron los grupos  $CH_2$  de las cadenas de metileno, también el isopropilo y terc-butilo. A su vez se midieron los ángulos de contacto de cada muestra, consiguiendo un alto grado de mojabilidad en las muestras 1, 2 y 5; en cambio las muestra 3 es super-hidrófila y 4 es hidrófila.
- Se comprobó de forma experimental las propiedades físicas de las fibras de PMMA, que se caracterizaron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) obteniendo mejores resultados en la muestra 1 ya que aquí se observaron fibras ultrafinas que fue el propósito de este trabajo.

## RECOMENDACIONES

- Se recomienda tener en cuenta las propiedades del polímero PMMA y su solvente para realizar la síntesis del mismo, debido a que para llevar a cabo un buen proceso depende de la volatilidad del solvente porque es importante para definir los parámetros y poder obtener la viscosidad necesaria de acuerdo a las propiedades del solvente, así como también, tener en cuenta el punto de fusión y ebullición tanto el solvente como del soluto para evitar la evaporación completa de la solución. También revisar la temperatura en la que se encuentra sometida la solución para disolver completamente el polímero.
- Es recomendable que el equipo de electrospinning se encuentre a temperatura ambiente, esto es muy importante para la calidad de las nanofibras.
- Se recomienda que la solución no se encuentre tan viscosa, de lo contrario habría inconvenientes como que se tapone la aguja y se dañe el equipo ya que el PMMA se suele secar rápido.
- Se recomienda limpiar el capilar, el colector y la aguja con acetona ya que nos ayuda a disolver el PMMA y de esta manera que no exista ninguna contaminación con la muestra.

## GLOSARIO

**Electrospinning:** El electrohilado también denominado electrospinning, es un proceso sencillo y económico, que hace uso de las fuerzas eléctricas para producir micro y nanofibras de diferentes composiciones, esto ocurre por medio del estiramiento axial de una solución viscoelástica (Olvera and Aguilar, 2012).

**Polimetilmetacrilato:** El PMMA se obtiene de la polimerización del ácido acrílico, es un termoplástico rígido y cristalino que tiene una alta resistencia a sustancias inorgánicas acuosas como los ácidos y álcalis en dilución, además ocurre la reacción de pirólisis casi completa a monómero por reacción en cadena (Pantaleón, 2009, p. 52).

**Diclorometano:** El cloruro de metileno o diclorometano (DCM) es un líquido claro, incoloro, altamente volátil, no inflamable, con un olor penetrante como a éter, además en estado puro se considera más denso que el aire. (Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo, 2018, p. 1-2).

**Nanofibras:** Son aquellas cuyos diámetros están por debajo de 500 nm, se producen aplicando diversas técnicas que permiten obtener fibras ultrafinas. Generalmente, el proceso de obtención de fibras poliméricas implica el electrohilado (Caracciolo et al., 2010, p. 57).

## BIBLIOGRAFÍA

**WU, C. et al.** "Bio-based polymer nanofiber with siliceous sponge spicules prepared by electrospinning". *Materials Science & Engineering C* [en línea], 2019, pp. 1-4. [Consulta: 01 agosto 2022]. ISSN 0928-4931. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.110506>.

**URA, D. et al.** "Cell Integration with Electrospun PMMA Nanofibers, Microfibers, Ribbons, and Films: A Microscopy Study". *Bioengineering* [en línea], 2019, pp. 1-7. [Consulta: 01 agosto 2022]. ISSN 2306-5354. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/bioingeniería6020041>.

**LEE, J. et al.** " Electrospun PMMA Polymer Blend Nanofibrous Membrane: Electrospinnability, Surface Morphology and Mechanical Response". *Materials Research Express* [en línea], 2019, pp. 1-7. [Consulta: 01 agosto 2022]. ISSN 2053-1591. Disponible en: <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aac87b>.

**ARIDA, I. et al.** "Electrospun polymer-based nanofiber scaffolds for skin regeneration". *Journal of Drug Delivery Science and Technology* [en línea], 2021, pp. 1-7. [Consulta: 01 agosto 2022]. ISSN 1773-2247. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2021.102623>.

**WANG, X.; & NAKANE, K.** " Preparation of polymeric nanofibers via immersion electrospinning". *Journal Pre-proofs* [en línea], 2020, pp. 2-6. [Consulta: 02 agosto 2022]. ISSN 910-8507. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2020.109837>.

**TORRES, J.** Diseño de equipo de electrohilado por método centrifugado para polímeros. (Trabajo de titulación). Universidad Antonio Nariño, Facultad de Mecánica, Electrónica y Biomédica, Tunja, Colombia. 2021. pp. 1-19.

**DUQUE, L.; et al.** " Electrospinning: La era de las nanofibras". *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 2013, pp. 10-16, vol. 14.

**PIPERNO, S.; et al.** "PMMA nanofibers production by electrospinning". *Applied Surface Science*, n° 252 (2006), (Italy) pp. 5583-5585 .

**ZHAO, L. et al.** " Hierarchically structured PMMA fibers fabricated by electrospinning". *RSC Advances* [en línea], 2014, pp. 52973-52982. [Consulta: 06 agosto 2022]. ISSN 2044-3885. Disponible en: [10.1039/c4ra05385k](https://doi.org/10.1039/c4ra05385k).

**SITI, J.; & KHAIRIL, J.** "Preparation of poly(methyl methacrylate) fibers via electrospinning in different solvent and its morphology comparison". *eProceedings Chemistry* [en línea], 2017, pp. 76-82. [Consulta: 08 agosto 2022]. ISSN 2550-1453. Disponible en: <https://eproceedings.chemistry.utm.my/>.

**OLVERA, M.; & AGUILAR, J.** " Conductivity and Crystallinity of Polyethylene Oxide/Polyaniline Microfibers Obtained by Electrospinning ". *Journal of Applied Research and Technology*. (2014), (Mexico), pp. 598-600.

**ROBLES, M.; et al.** "Aplicaciones biomédicas, textiles y alimentarias de nanoestructuras elaboradas por electrohilado". *Biotecnia* [en línea], 2014, (México), pp. 44-52. [Consulta: 15 agosto 2022]. ISSN 00134686. Disponible en: [www.biotecnia.uson.mx](http://www.biotecnia.uson.mx).

**CABRERA, L.; et al.** "Membrana de nanofibras procesadas mediante electrohilado con potencial uso en la encapsulación de enzimas". *Afinidad LXXVI*, 2019, pp. 180-186, vol. 587 (2019).

**CALDERON, J. & MARTINEZ, H.** Obtención de fibras poliméricas a partir de la técnica de Electrospinning para aplicaciones biomédicas. (Trabajo de titulación). Universidad Autónoma del Occidente, Facultad de Ingeniería, Cali, Colombia. 2012. pp. 21-53.

**CARACCILO, P.; et al.** "Pequeñas fibras, grandes aplicaciones". *Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales*, vil 21, n° 121 (2011) pp. 57-63.

**BAEZ, B. et al.** "E Fabricación de fibras poliméricas a base de PLA obtenidas mediante electrohilado" *Cultura Científica y Tecnológica* [en línea], 2020, pp. 1-7. [Consulta: 22 agosto 2022]. ISSN 2007-0411. Disponible en: <https://doi.org/10.20983/culcyt.2020.1.4.1>.

**PANTALEON, R.** Nanocomposites de sílice y polimetilmetacrilato. Caracterización por Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier. (Trabajo de titulación). Universidad Carlos III de Madrid, Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales, España. 2009. pp. 7-170.

**CARRASQUERO, F.** "Fundamentos de los Polímeros". *Escuela Venezolana para la Enseñanza de la Química*, 2005, pp. 1-9.

**ARIDA, I. et al.** "Producción de nanofibras poliméricas mediante el proceso de electrospinning y su uso potencial ". *Mutis* [en línea], 2018, pp. 17-25. [Consulta: 28 agosto 2022]. ISSN 2953-

5132. Disponible en: <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aac87b>.

**RUIZ, E.** Diseño y construcción de una máquina de electrohilado vertical de 0 a 15 kV para generar nanofibras a base del polímero polisiloxano. (Trabajo de titulación). Universidad Técnica de Ambato, Facultad de Ingeniería Civil y Mecánica, Ambato, Ecuador. 2019. pp. 1-23.

**SALAZAR, M, & NÚÑEZ, R.** Electrospun de fibras submicrométricas de poliacrilonitrilo (PAN) para filtración de agua. (Trabajo de titulación). Universidad de las Fuerzas Armadas, Facultad de Ciencias de la Energía y Mecánica, Quito, Ecuador. 2017. pp. 1-27

**GUTIERREZ, A.** Desarrollo de un equipo de electrospinning para obtención de nanofibras alineadas de recombinaómeros tipo elastina (Trabajo de titulación). Universidad de Valladolid, Escuela de Ingenierías Industriales, España. 2016. pp. 27-64.

**COBA, S.; & PATAQUIVA, A.** "Production of polymeric nanofibers by electrospinning process and its potential use". *Mutis* [en línea], 2018, pp. 18-26. [Consulta: 28 agosto 2022]. ISSN 2256-1498. Disponible en: <https://doi.org/10.21789/22561498.1375>.

**CHIN, S. et al.** " Bio-based polymer nanofiber with siliceous sponge spicules prepared by electrospinning: Preparation, characterisation, and functionalisation". *Materials Science & Engineering C* [en línea], 2019, pp. 1-9. [Consulta: 01 septiembre 2022]. ISSN 0928-4931. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.110506>.

**YAN, S.; CHUANGLONG H.** "Electrospinning of polymethyl metacrilate nanofibres in different solvents". *ResearchGate* [en línea], 2010, pp. 123-128. [Consulta: 02 septiembre 2022]. Disponible en: <https://www.researchgate.net/publication/268342007>.

**PIPERNO, S. et al.** "PMMA nanofibers production by electrospinning". [en línea], 2006, pp. 5583-5585. [Consulta: 01 septiembre 2022]. Disponible en: <https://www.researchgate.net/publication/233919258>.

**CASTILLO, A.** Síntesis y caracterización de fibras poliméricas de poli (metacrilato de metilo) mediante rotary jet spinning, con una porosidad entre 60 a 400 nm (Trabajo de titulación). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Riobamba, Ecuador. 2022. pp. 1-31.

**SERIFE, A.; & NURAY, O.** " Effect of viscoelasticity in polymer nanofiber electrospinning: Simulation using FENE-CR model". *Engineering Science and Technology, an International*

*Journal* [en línea], 2021, pp. 620-628. [Consulta: 02 septiembre 2022]. ISSN 2215-0986. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jestch.2020.12.017>.

**LI, J. et al.** " Electrospun PMMA Polymer Blend Nanofibrous Membrane: Electrospinnability, Surface Morphology and Mechanical Response" *Materials Research Express* [en línea], 2018, pp. 1-41. [Consulta: 05 septiembre 2022]. ISSN 2053-1591. Disponible en: <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aac87b>.

**SHURVELL, H.F.** *Spectra- Structure Correlations in the Mid- and Far-Infrared. Handbook of Vibrational Spectroscopy*. Canadá: Queen´s University, 2006. pp.1-34.



## ANEXOS

### ANEXO A: EQUIPOS Y MATERIALES

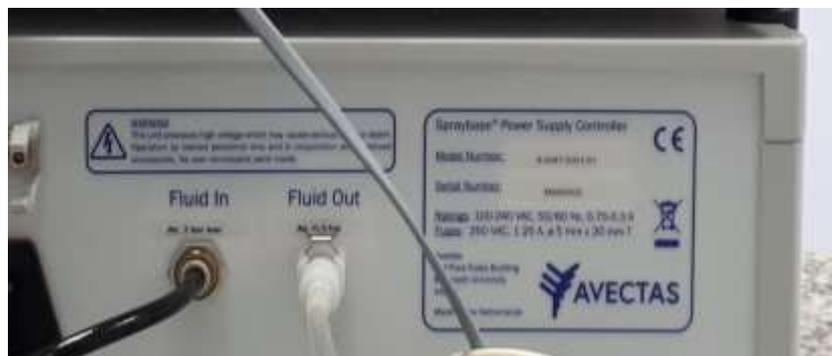
- Spraybase



- Spraybase Syringe Pump A-0004-0001-01



- Spraybase Power Supply Controller A-00047-0001-01



- Balanza analítica



- Pipeta



- Espectrofotómetro de Infrarrojo Agilent Cary 630 FTIR



- Termoagitador magnético con frasco de vidrio de tapa azul de 100 ml



## ANEXO B: REACTIVOS

- Polimetilmetacrilato (PMMA)



- Diclorometano

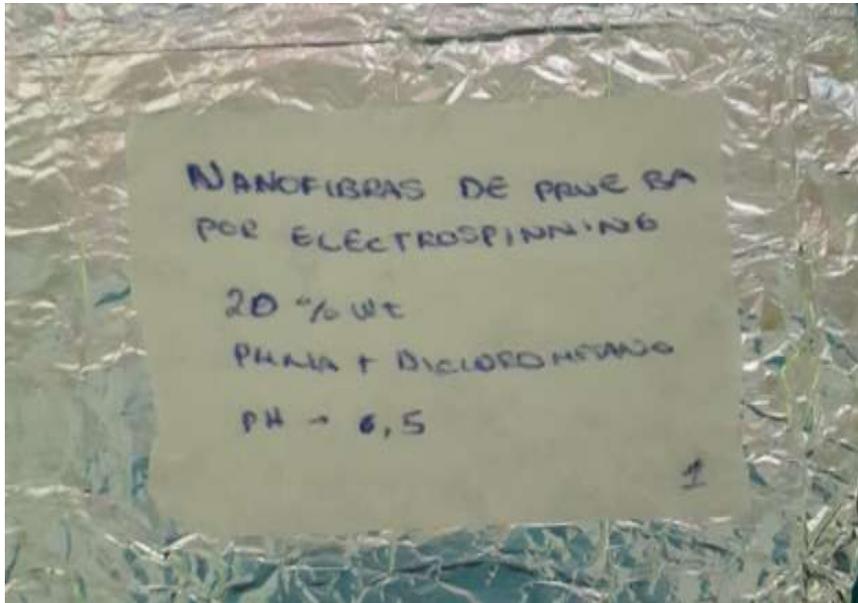


- Papel pH

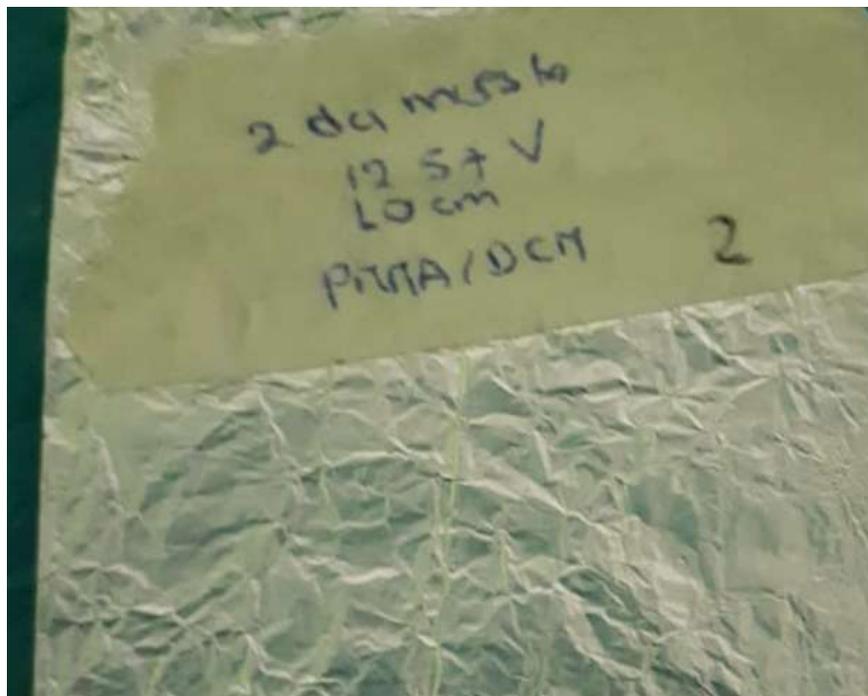


## ANEXO C: FIBRAS DE PMMA OBTENIDAS MEDIANTE ELECTROSPINNING

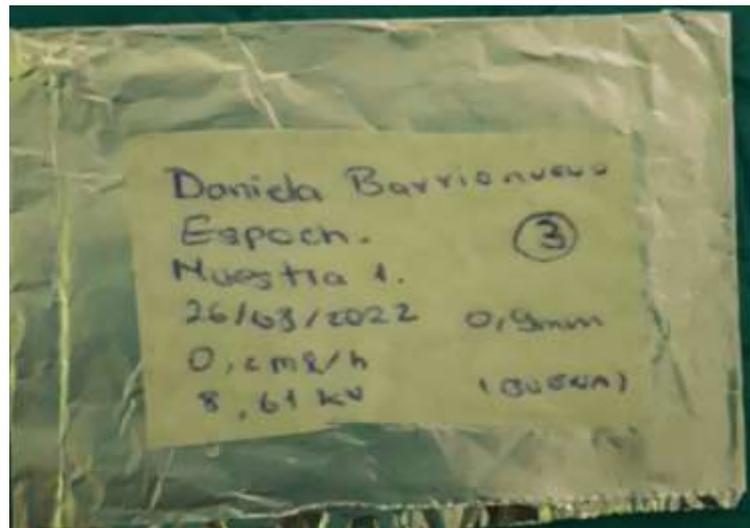
- Muestra 1



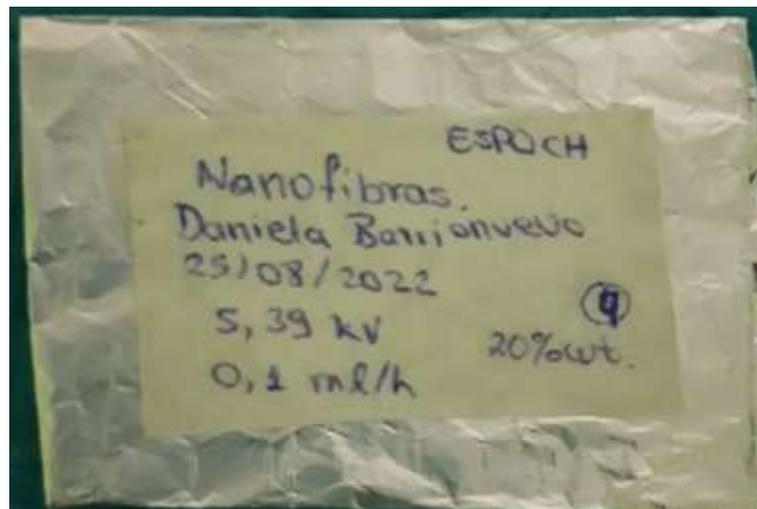
- Muestra 2



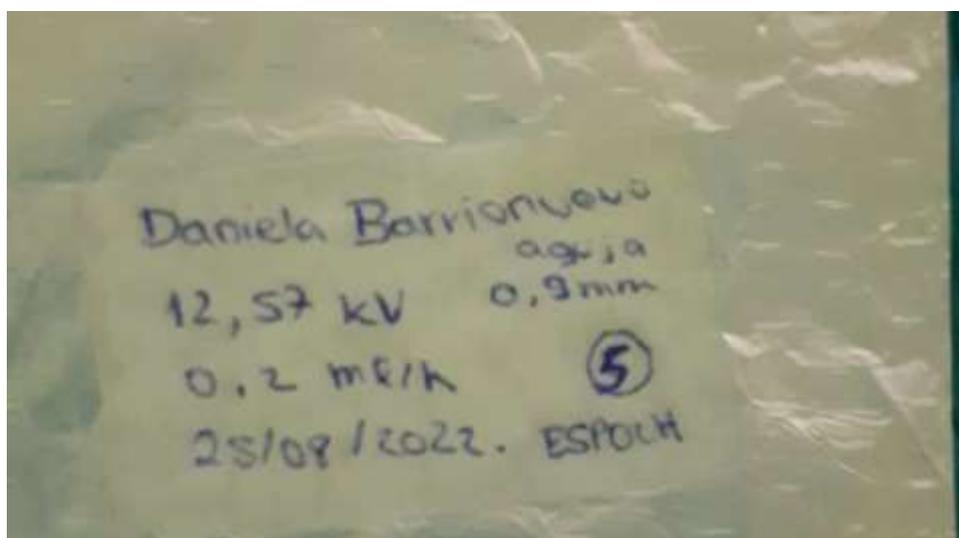
- Muestra 3



- Muestra 4

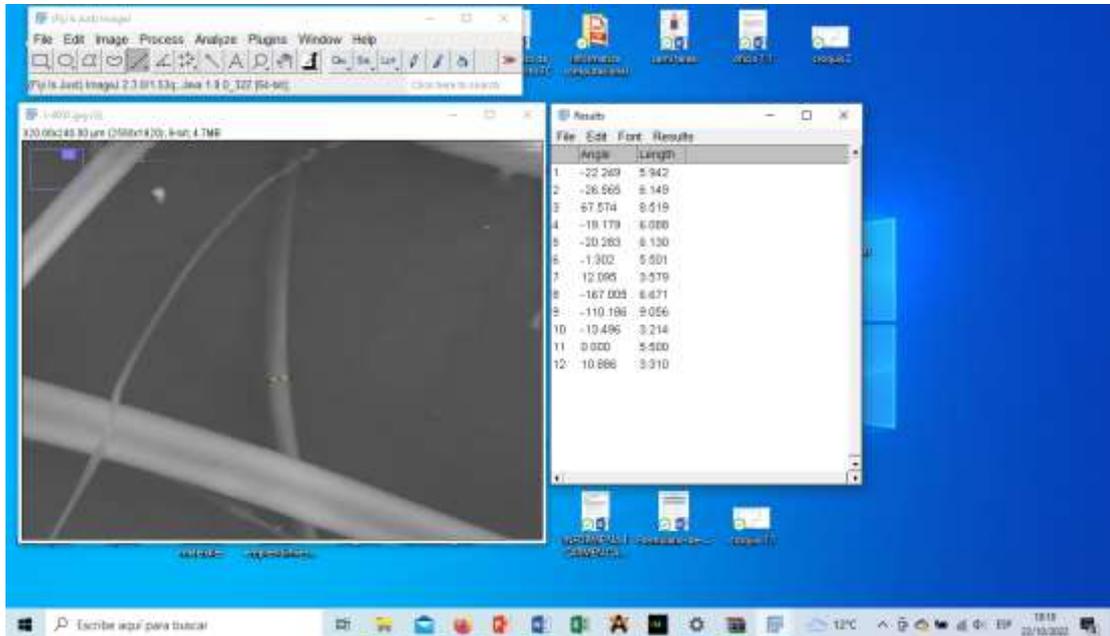


- Muestra 5

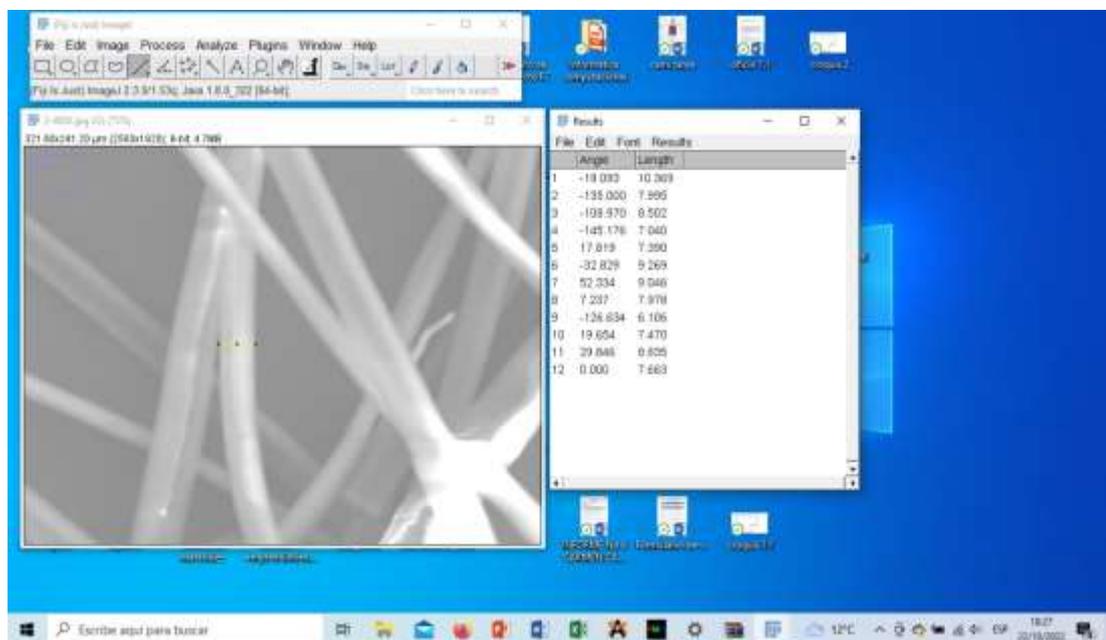


## ANEXO D: MEDICIÓN DE LAS FIBRAS CON IMAGEJ

- Muestra 1



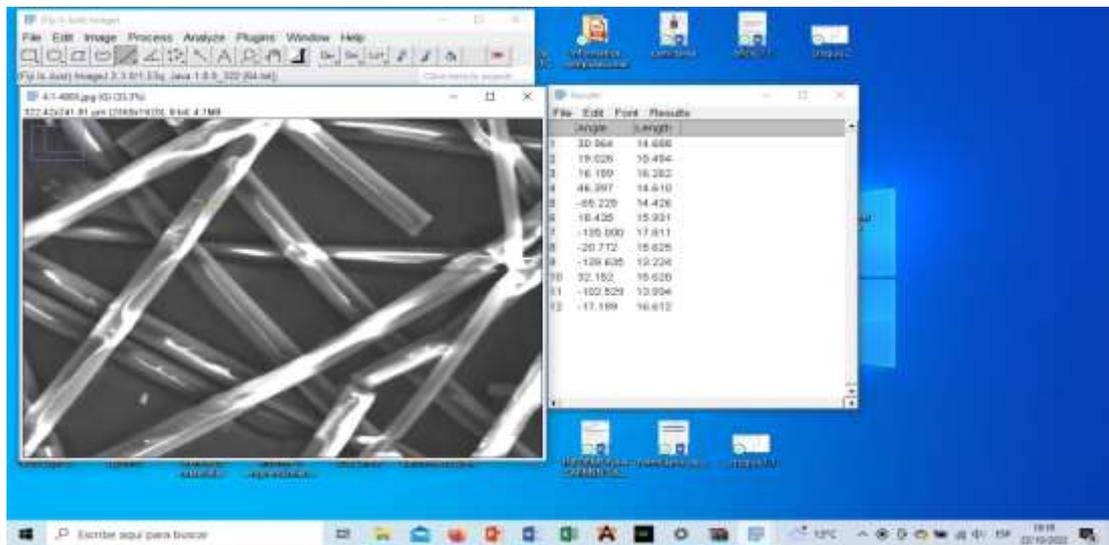
- Muestra 2



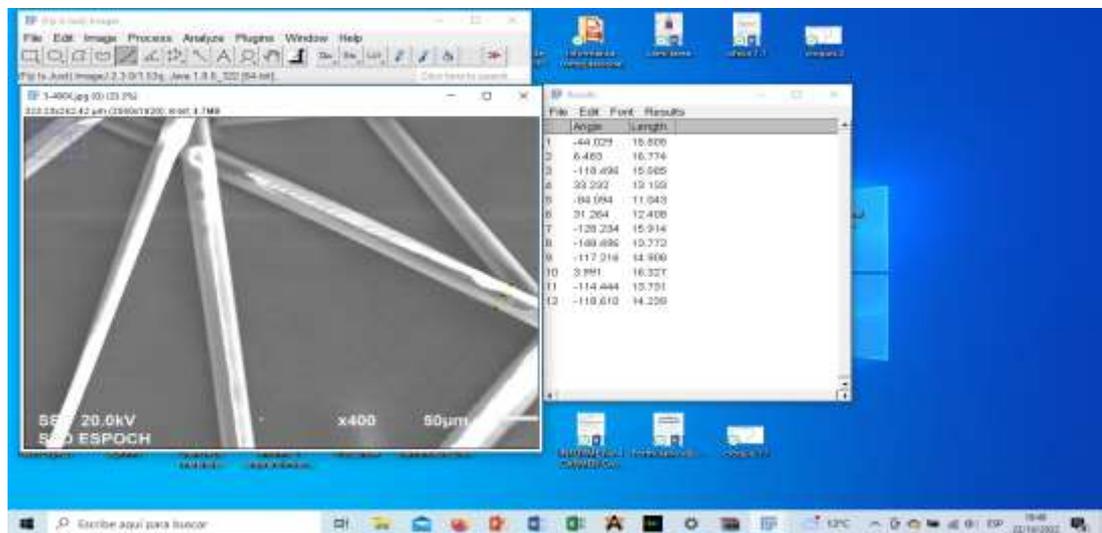
- Muestra 3



- Muestra 4



- Muestra 5





epoch

Dirección de Bibliotecas y  
Recursos del Aprendizaje

UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y  
DOCUMENTAL

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 18 / 01 / 2023

<b>INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)</b>
<b>Nombres – Apellidos:</b> Daniela Fernanda Barrionuevo Carmilema
<b>INFORMACIÓN INSTITUCIONAL</b>
<b>Facultad:</b> Ciencias
<b>Carrera:</b> Física
<b>Título a optar:</b> Física
<b>f. Analista de Biblioteca responsable:</b> Ing. Leonardo Medina Ñuste MSc.



DIRECCION DE BIBLIOTECAS  
Y RECURSOS PARA EL APRENDIZAJE  
Y LA INVESTIGACION  
Ing. Leonardo Parreno Uquillas MSc  
ANALISTA DE BIBLIOTECA I

2439-DBRA-UTP-2022