



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y
MECÁNICA**

CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

**TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL
TÍTULO DE INGENIERO MECÁNICO**

**TEMA: INFLUENCIA DE SOLVENTES ORGÁNICOS EN LA
MORFOLOGÍA Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE FIBRAS DE
POLIVILPIRROLIDONA (PVP) FABRICADAS MEDIANTE
ELECTROSPINNING**

AUTOR: NARVÁEZ CADENA, DIEGO ANDRÉS

DIRECTOR: MPhil. NARVÁEZ CHRISTIAN.

SANGOLQUÍ

2017



DEPARTAMENTO DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

CERTIFICADO

Certifico que el presente trabajo de titulación "INFLUENCIA DE SOLVENTES ORGÁNICOS EN MORFOLOGÍA Y PROPIEDADES MECÁNICAS EN FIBRAS DE POLIVINILPIRROLIDONA (PVP) FABRICADAS MEDIANTE ELECTROSPINNING", realizado por el señor **DIEGO ANDRÉS NARVÁEZ CADENA**, ha sido revisado en su totalidad y analizado por el software anti-plagio, el mismo cumple con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, por lo tanto me permito acreditarlo y autorizar al señor **DIEGO ANDRÉS NARVÁEZ CADENA**, para que lo sustente públicamente.

Sangolquí, 11 de diciembre del 2017



MPhil. Christian Patricio Narváez Muñoz

DIRECTOR



DEPARTAMENTO DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD

Yo **DIEGO ANDRÉS NARVÁEZ CADENA**, con cedula de identidad N° 1721824850 declaro que este trabajo de titulación "**INFLUENCIA DE SOLVENTES ORGÁNICOS EN MORFOLOGÍA Y PROPIEDADES MECÁNICAS EN FIBRAS DE POLIVINILPIRROLIDONA (PVP) FABRICADAS MEDIANTE ELECTROSPINNING**", ha sido desarrollado considerando los métodos de investigación existentes, así como también se ha respetado el derecho intelectual de terceros considerándose en las citas bibliográficas.

Consecuentemente declaro que este trabajo es de mi autoría, en virtud de ello me declaro responsable del contenido, veracidad y alcance de la investigación mencionada.

Sangolquí, 11 de diciembre del 2017



Diego Andrés Narváez Cadena

1721824850



DEPARTAMENTO DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

AUTORIZACIÓN

Yo, **DIEGO ANDRÉS NARVÁEZ CADENA**, autorizo a la Universidad de las Fuerzas Armadas "ESPE", publicar en la biblioteca virtual de la institución el presente trabajo de titulación "**INFLUENCIA DE SOLVENTES ORGÁNICOS EN MORFOLOGÍA Y PROPIEDADES MECÁNICAS EN FIBRAS DE POLIVINILPIRROLIDONA (PVP) FABRICADAS MEDIANTE ELECTROSPINNING**", cuyo contenido, ideas y criterios son de mi autoría y responsabilidad.

Sangolquí, 11 de diciembre del 2017

Diego Andrés Narváez Cadena

1721824850

DEDICATORIA

Dedico este trabajo a mi familia Manuela, Washington y Carlos que siempre me apoyaron en todo a pesar de cualquier adversidad.

A mi madre que no solo me dio la vida, sino que me enseñó a amarla, que al final entiendes que todo ayuda los momentos buenos y malos, que a pesar de que ya no estés con nosotros siempre estás conmigo.

A mi padre por enseñarme a vivir y a mejorar siempre, reinventarme a diario y que no hay metas imposibles si te lo propones, gracias por todos los consejos.

A mi hermano por todo lo que hizo por mi sacrificando muchas cosas para que pueda culminar esta etapa.

Diego Narváez

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mi familia por todo el apoyo y comprensión en estos años de esta hermosa etapa de mi vida

A la Carrera de Ingeniería Mecánica y sus docentes por todas sus enseñanzas dentro y fuera del aula de clases

A mi tutor Christian Narváz por toda su comprensión y apoyo para que este trabajo sea posible

Un agradecimiento muy especial para mis amigos, que más allá de un título o el conocimiento adquirido, lo mejor de mi experiencia universitaria fue haber encontrado personas como ustedes

ÍNDICE DE CONTENIDOS

CERTIFICADO.....	ii
AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD	iii
AUTORIZACIÓN.....	iv
DEDICATORIA	v
AGRADECIMIENTOS.....	vi
ÍNDICE DE CONTENIDOS	vii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	x
ÍNDICE DE TABLAS	xiii
RESUMEN	xiv
ABSTRACT	xv
CAPÍTULO I.....	1
1. GENERALIDADES	1
1.1. Introducción	1
1.2. Antecedentes.....	2
1.3. Definición del Problema.....	6
1.4. Objetivos.....	7
1.4.1 Objetivo General	7
1.4.2. Objetivos Específicos	7
1.5. Alcance del Proyecto	7
1.6. Justificación del Proyecto	8
CAPÍTULO II.....	10
2. Marco Teórico.....	10
2.1. Electrospinning	10
2.1.1. Historia de los Procesos de Electrospinning.....	10
2.1.2. Técnica de electrospinning.....	11
2.1.3. Parámetros de la Técnica.....	14
2.1.3.1. Parámetros de la Solución	14
2.1.3.2. Parámetros del Proceso.....	20
2.1.3.3. Parámetros Ambientales	26
2.1.4. Fuerzas en el Proceso.....	28

2.1.5. Aplicaciones del electrospinning.....	30
2.1.5.1. Liberación de Fármacos.....	31
2.1.5.2. Tejidos.....	31
2.1.5.3. Apósito para heridas	34
2.1.5.4. Filtro de medios.....	35
2.1.5.5. Textiles.....	35
2.1.5.6. Energía y aplicaciones eléctricas	36
2.1.5.7. Sensores	37
2.2. Medición de propiedades morfológicas y mecánicas.....	38
2.2.1. Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).....	38
2.2.2. Microscopio de Fuerza Atómica (AFM)	39
2.2.3. Módulo de elasticidad usando el AFM.....	41
CAPÍTULO III	43
3. Experimentación	43
3.1. Metodología y Protocolo de Trabajo	43
3.1.1. Etapa 1 (Preparación de soluciones)	43
3.1.2. Etapa 2 (Proceso de Electrospinning)	45
3.1.3. Etapa 3 (Análisis en Microscopio de barrido)	48
3.1.4. Etapa 4 (Análisis Morfológico).....	49
3.1.5. Etapa 5 (Medición de Propiedades mecánicas)	50
3.2. Equipos y materiales.....	51
3.2.1. Equipos	51
3.2.2. Materiales.....	54
Capitulo IV	60
4. Análisis de Resultados	60
4.1. Soluciones	60
4.1.1. Soluciones de PVP y etanol	60
4.1.2. Soluciones de PVP y DMF	61
4.1.3. Soluciones de PVP y una mezcla de Etanol y DMF	62
4.2. Valores de los Variables (voltaje, caudal, distancia, concentración).....	62
4.2.1. Valores de las variables con el solvente Etanol	62
4.2.2. Valores de las variables con el solvente DMF.....	63
4.2.3. Valores de las variables de PVP y una mezcla de etanol/DMF.....	64
4.3. Análisis Morfológico	65

4.3.1. Morfología de Fibras de PVP y Etanol	65
4.3.2. Morfología de Fibras de PVP y DMF	72
4.3.3. Morfología de Fibras de PVP y una mezcla 70/30 % w/w.	78
4.4. Análisis de propiedades Mecánicas.....	80
4.4.1. Análisis Mecánico de fibras de etanol al 8% w/w muestra 5	80
4.4.2. Análisis Mecánico de fibras de DMF al 14%w/w muestra 11	82
4.4.3. Análisis Mecánico de fibras de DMF, etanol muestra 14.....	84
Capítulo V	86
5. Conclusiones y Recomendaciones.....	86
5.1. Conclusiones	86
5.2. Recomendaciones	88
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	90

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Número de publicaciones científicas y patentes por año (1994-2006) con la palabra clave "Electrospinning"	9
Figura 2 Ensamble del sistema de Electrospinning.	11
Figura 3 Diversos ensambles de la técnica de Electrospinning	12
Figura 4 Proceso de electrospinning.....	13
Figura 5 Imágenes de PAN con diferentes viscosidades en solución ajustando la concentración de la solución polimérica. Las concentraciones de izquierda y derecha son 1,3 y 15 % en peso, Respectivamente.....	16
Figura 6 Imágenes de la evolución de los productos con diferentes concentraciones de baja a alta durante la Electrospinning.	17
Figura 7 Las imágenes SEM de las fibras a partir de una solución de PSF al 20% en DMAC / acetona (9: 1) bajo diferentes tensiones. Los voltajes aplicados de a, b y c son 10, 15 y 20 kV, respectivamente. Los diámetros medios de a, b y c son 344 ± 51 , 331 ± 26 y 323 ± 22 nm, respectivamente.	21
Figura 8 Las fibras de policaprolactona con un tamaño creciente de perlas con una velocidad de alimentación creciente a [A] 0,5 ml / hora y [B] 2 ml / h.	22
Figura 9 Fibras de Nylon (a) distancia de deposición de 2 cm y (b) distancia de deposición de 0,5 cm	24
Figura 10 Las imágenes SEM de las fibras PSF de 20 % PSF / DMAC solución a 10 kV con diferentes distancias. Las distancias de a y b son 10 y 15 cm, respectivamente. Los diámetros de a y b son 438 ± 72 y 368 ± 59 nm,.....	24
Figura 11 Imágenes de las morfologías superficiales de las fibras de PS bajo humedad variable: a) 25%, b) 31-38%, c) 40-45%, d) 50-59%,.....	27
Figura 12 Imágenes SEM de las fibras PA-6-32 bajo diferentes temperaturas. Las temperaturas de a y b son 30 y 60°C, respectivamente. Los diámetros de a y b son 98 y 90 nm, respectivamente.....	28
Figura 13 Diagrama de esfuerzo-deformación unitaria que se obtiene de la prueba de tensión estándar.....	42
Figura 14 Preparación de una solución con ayuda de la centrifugadora y agitador magnético.....	44

Figura 15 Imagen de fibras de PVP en un Microscopio de barrido SEM	48
Figura 16 Fibras de PVP, a) fibras con collares b) fibras homogéneas	49
Figura 17 Microscopio Electrónico de Barrido	51
Figura 18 Microscopio de Fuerza Atómica.....	52
Figura 19 Equipo de Electrospinning	53
Figura 20 Estructura molecular del PVP	54
Figura 21 Estructura molecular del DMF	56
Figura 22 Forma estructural del Etanol.....	58
Figura 23 Fibras al 4% w/w PVP muestra1 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	66
Figura 24 Fibras al 4% w/w PVP muestra 2 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	67
Figura 25 Fibras al 6% w/w PVP muestra 3 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	68
Figura 26 Fibras al 6% w/w PVP muestra 4 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	69
Figura 27 Fibras al 8% w/w PVP muestra 5 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	70
Figura 28 Fibras al 10% w/w PVP muestra 6 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	71
Figura 29 Fibras al 8% w/w PVP muestra 7 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	72
Figura 30 Fibras al 10% w/w PVP muestra 8 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	73
Figura 31 Fibras al 12% w/w PVP muestra 9 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	74
Figura 32 Fibras al 12% w/w PVP muestra 10 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	75
Figura 33 Fibras al 14% w/w PVP muestra 11 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	76
Figura 34 Fibras al 14% w/w PVP muestra 12 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	77
Figura 35 Fibras al 8% w/w PVP muestra 13 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	78
Figura 36 Fibras al 8% p/p PVP muestra 14 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x	79

Figura 37 Valor promedio y desviación estándar de los datos de la muestra de etanol y PVP al 8%.....	81
Figura 38 Histograma de frecuencias de la muestra de etanol y PVP al 8%.....	81
Figura 39 Curva de Fuerza para fibras de etanol y PVP al 8% obtenidas del Microscopio AFM.....	82
Figura 40 Valor promedio y desviación estándar de los datos de la muestra DMF y PVP al 14%.....	83
Figura 41 Histograma de frecuencias de la muestra DMF y PVP al 14%	83
Figura 42 Curva de Fuerza para fibras de DMF y PVP al 14% obtenidas del Microscopio AFM.....	83
Figura 43 Valor promedio y desviación estándar de los datos de la muestra etanol/DMF 70/30 y PVP al 8%.....	84
Figura 44 Histograma de frecuencias de la muestra etanol/DMF 70/30 y PVP	84
Figura 45 Curva de Fuerza para fibras de etanol, DMF 70/30 y PVP al 8% obtenidas del Microscopio AFM	85

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Descripción de fuerzas o términos relacionados con ellos.....	29
Tabla 2 Metodología de Trabajo	43
Tabla 3 Imágenes del cono de Taylor en el proceso de Electrospinning	46
Tabla 4 Porcentajes de concentración de PVP en el solvente etanol	61
Tabla 5 Porcentajes de concentración de PVP en el solvente DMF	61
Tabla 6 Porcentajes de concentración de PVP en el solvente etanol y DMF 70/30	62
Tabla 7 Parámetros de las soluciones usando como solvente Etanol.	63
Tabla 8 Parámetros de las soluciones usando como solvente DMF.....	64
Tabla 9 Parámetros de las soluciones usando como solvente una mezcla de etanol/DMF.....	64
Tabla 10 Variables y diámetro para fibras con 4% w/w PVP muestra 1	65
Tabla 11 Variables y diámetro para fibras con 4% w/w PVP muestra 2	66
Tabla 12 Variables y diámetro para fibras con 6% w/w PVP muestra 3	67
Tabla 13 Variables y diámetro para fibras con 6% w/w PVP muestra 4	69
Tabla 14 Variables y diámetro para fibras con 8% w/w PVP muestra 5	70
Tabla 15 Variables y diámetro para fibras con 10% w/w PVP muestra 6	71
Tabla 16 Variables y diámetro para fibras con 8% w/w PVP muestra 7	72
Tabla 17 Variables y diámetro para fibras con 10% w/w PVP muestra 8	73
Tabla 18 Variables y diámetro para fibras con 12% w/w PVP muestra 9	74
Tabla 19 Variables y diámetro para fibras con 12% w/w PVP muestra 10	75
Tabla 20 Variables y diámetro para fibras con 14% w/w PVP muestra 11	76
Tabla 21 Variables y diámetro para fibras con 14% w/w PVP muestra 12	77
Tabla 22 Variables y diámetro para fibras con 8% w/w PVP muestra 13	78
Tabla 23 Variables y diámetro para fibras con 8% w/w PVP muestra 14	79

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se utilizó la técnica de Electrospinning, una técnica poco desarrollada en el país y muy versátil, que utiliza la fuerza electrostática para obtener fibras con diámetros en el rango de los micro y nanómetros a partir de soluciones poliméricas con diferentes solventes. Se utilizó soluciones de Polivinilpirrolidona (PVP K90) con solventes orgánicos (etanol y Dimetilformamida DMF), buscando los parámetros adecuados para obtener fibras con la mejor morfología y las mejores propiedades mecánicas, se partió de investigaciones previas para encontrar los porcentajes adecuados de solvente y PVP, en el laboratorio se experimentó con varias soluciones y se varió los diferentes parámetros (voltaje, caudal, distancia punta colector) buscando obtener muestras aceptables, se midió en el microscopio de barrido SEM el diámetro. La fibra con mejor aspecto se procedió a medir las propiedades mecánicas, estas se midieron en un Microscopio de Fuerza Atómica AFM, con el método de contacto de Hertz y aproximando los datos al su modelo matemático, para las soluciones se utilizó diferentes porcentajes en peso de PVP en cada solvente y una mezcla de los dos solventes, siendo las siguientes muestras las que tenían las mejores propiedades morfológicas: Muestra Etanol al 8% PVP w/w, Muestra DMF al 14% PVP w/w y Muestra 70% w/w etanol, 30% DMF w/w al 4% de PVP w/w, con diámetros en el rango de los micrómetros de 1.6, 1.22 y 1.35 respectivamente, con módulos de Elasticidad de 40.08 MPa, 8,8 MPa y 32,78 MPa. Se realizó un análisis de todos los parámetros que influyen en el proceso y una explicación detallada de los procedimientos y métodos de medición.

- **ELECTROSPINING**
- **COLLARES**
- **FIBRAS**
- **MÓDULO DE ELASTICIDAD**

ABSTRACT

In the present work the Electrospinning technique was used, this technique has not been developed in the country and is very versatile, that uses the electrostatic force to obtain fibers with diameters in the range of micro and nanometers from polymer solutions with different solvents. Polyvinylpyrrolidone (PVP K90) solutions were used with organic solvents (ethanol and Dimethylformamide DMF), looking for the appropriate parameters to obtain fibers with the best morphology and the best mechanical properties, starting from previous investigations to find the adequate percentages of solvent and PVP, in the laboratory was experimented with several solutions and was varied the different parameters (voltage, flow, tip collector distance) seeking to obtain acceptable samples, the diameter was measured in scanning microscope SEM. The fiber with the best aspect was measured the mechanical properties. The mechanical properties were measured in an Atomic Force Microscope AFM with the Hertz contact method and the data were approximated to their mathematical model. Different percentages by weight of PVP in each solvent and a mixture of the two solvents, which had the best morphological properties: Sample Ethanol at 8% PVP, Sample DMF at 14% PVP and a mixture of 70% ethanol and 30% DMF and 4% PVP, with diameters in the micrometer range of 1.6, 1.22 and 1.35 respectively, with Modulus of Elasticity of 40.08 MPa, 8.8 MPa and 32.78 MPa respectively. An analysis was performed of all the parameters influencing the process and a detailed explanation of the procedures and measurement methods.

- **ELECTROSPINING**
- **BEADS**
- **FIBERS**
- **ELASTIC MODULUS**

CAPÍTULO I

1. GENERALIDADES

1.1. Introducción

La técnica de electrospinning o electrohilado utiliza un campo eléctrico para crear un chorro cargado de solución polimérica. A medida que este chorro viaja en el aire, el solvente se evapora dejando detrás una fibra cargada que se puede desviar o recoger en un plato colector. Fibras con una variedad de formas y tamaños se pueden producir a partir de diferentes polímeros (Doshi, Jayesh, Renekar, & Darell, 1995)

El electrospinning es actualmente la única técnica que permite la fabricación de fibras continuas con diámetros hasta unos pocos nanómetros. El método puede aplicarse a polímeros sintéticos y naturales, aleaciones poliméricas y polímeros cargados con cromóforos, nanopartículas o agentes activos. También es posible producir estructuras que van desde fibras individuales hasta arreglos ordenados. El Electrospinning no sólo se emplea en laboratorios universitarios, sino que también se aplica cada vez más en la industria. El alcance de las aplicaciones, en campos tan diversos como la optoelectrónica, la tecnología de sensores, la catálisis, la filtración y la medicina, es muy amplio. (Greiner & Wendorf, 2007)

Una de las principales motivaciones para realizar este trabajo de investigación fue que no existe muchos estudios acerca de las propiedades mecánicas de fibras fabricadas por electrospinning, además que la técnica es poco conocida y tiene muchas aplicaciones a futuro, conociendo los equipos tecnológicos con que cuenta la universidad, hace posible la caracterización mecánica y morfológica de estas fibras.

En este trabajo se encuentra detallado los procedimientos, métodos y equipos de medición utilizados para la caracterización Mecánica y Morfológica

de fibras de Polivinilpirrolidona (PVP K90) con solventes orgánicos (Etanol y Dimetilformamida DMF).

1.2. Antecedentes

El Desarrollo de nuevas tecnologías para la producción de materiales es uno de los retos que tiene el país, la Universidad de las Fuerzas Armadas-ESPE está enfocada en el desarrollo de estas tecnologías, uno de los pilares fundamentales es fomentar la investigación, este trabajo pretende brindar un aporte en la fabricación y caracterización Mecánica de microfibras de PVP mediante la técnica de electrospinning.

El electrospinning ha sido reconocido como una técnica eficiente para la fabricación de nano fibras poliméricas. Diversos polímeros han sido convertidos en fibras en los últimos años. Se han realizado aplicaciones potenciales basadas específicamente para su uso como refuerzo en el desarrollo de nanocompuestos. (Huang, Zhang, Kotaki, & Ramakrishna, 2003)

En el proceso de Electrospinning, una solución polimérica en el extremo de un tubo capilar se somete a un campo eléctrico. La carga es inducida en la superficie del líquido. La repulsión de carga mutua causa una fuerza directamente opuesta a la tensión superficial. A medida que aumenta la intensidad del campo eléctrico, la superficie hemisférica de la solución en la punta del tubo capilar se alarga para formar un chorro conocido como cono de Taylor. Cuando el campo eléctrico alcanza un valor crítico al cual la fuerza eléctrica repulsiva supera la fuerza de tensión superficial, un chorro cargado de la solución es expulsado desde la punta del cono Taylor. Dado que este chorro está cargado, su trayectoria puede ser controlada por un campo eléctrico. A medida que el chorro viaja en el aire, el solvente se evapora, dejando detrás una fibra polimérica cargada que se deposita aleatoriamente sobre una pantalla metálica. (Doshi, Jayesh, Renekar, & Darell, 1995)

La descripción anterior del proceso sugiere que los siguientes parámetros afectan al proceso: propiedades de la solución incluyendo viscosidad, conductividad y tensión superficial; Variables controladas incluyendo presión

hidrostática en el capilar, potencial eléctrico en la punta, y la distancia entre la punta y la pantalla de recogida; y los parámetros ambientales, incluyendo la temperatura, la humedad y la velocidad del aire en la cámara de Electrospinning. (Doshi, Jayesh, Renekar, & Darell, 1995)

A continuación se presenta un resumen de investigaciones y artículos científicos que se han realizado relacionados con la técnica de Electrospinning, por ejemplo el artículo científico titulado Effect of Solvent and Processing Parameters on Electrospun Polyvinylpyrrolidone Ultra-fine Fibers realizado por Vongsetskul T. et al.(2014) , donde detallas el procedimiento para obtener fibras ultra finas de PVP con solventes(Etanol y agua) y hacen un estudio de los parámetros que intervienen en el proceso llegando a la siguiente conclusión: Se fabricaron con éxito fibras ultrafinas de PVP (1,3 x 10⁶ g / mol) con diámetros de 200 - 1400 nm a partir del PVP al 20% w/w en las soluciones de etanol y agua. La polaridad positiva fue más eficiente para producir las fibras que la negativa. El aumento de la tensión aplicada dio como resultado la disminución del diámetro de las fibras, por otra parte, la cantidad de etanol en el solvente dio como resultado el aumento de los diámetros.

Estas fibras tienen potenciales para las aplicaciones en medicina y biología en el futuro, ya que se trabajó con un polímero biocompatible y solventes poco tóxicos. Se investigaron los efectos de los solventes, y polaridades eléctricas tanto negativas como positivas. Las micrografías electrónicas revelaron que, para obtener fibras con diámetros pequeños, se debe aplicar la polaridad positiva y el potencial alto.

Chuangchote, Sagawa y Yoshikawa realizaron un estudio en 2009 titulado: Electrospinning of Poly (vinyl pyrrolidone): Effects of Solvents on Electrospinnability for the Fabrication of Poly (p-phenylene vinylene) and TiO₂ Nanofibers donde usaron siete disolventes diferentes (metanol, etanol, propanol, diclorometano, agua, cloroformo y diclorometano) para preparar fibras de poli (vinilpirrolidona) (PVP). La constante dieléctrica, la viscosidad y la tensión superficial de los solventes afectaron esencialmente al proceso, en el aspecto morfológico y al tamaño de las fibras. Pueden fabricarse fibras

pequeñas y uniformes en forma de fibras a partir de soluciones de PVP en solventes con una constante dieléctrica significativamente alta, baja tensión superficial y baja viscosidad. En tres soluciones alcohólicas (por ejemplo, metanol, etanol y propanol), los diámetros de las fibras de PVP se reducen con la constante dieléctrica, el momento dipolar y la densidad de los disolventes aumentando y disminuyendo la viscosidad de los solventes. Entre estos solventes, el metanol era el mejor, proporcionando fibras con un aspecto morfológico óptimo y un pequeño diámetro. La mezcla de un solvente no soluble con un solvente con un alta constante dieléctrica, baja tensión superficial y baja viscosidad podría aumentar la facilidad del proceso de la solución. También se investigaron cuidadosamente los efectos de las propiedades de la solución y de las condiciones en el aspecto morfológico y el diámetro de las fibras de PVP, los diámetros medios de las fibras variaron de 200 nm a 1,5 μm . También se produjeron fibras de PVP bien alineadas con una técnica de colector de tambor giratorio. Por último, el PVP se usó en la fabricación de fibras de poli [2-metoxi-5- (20-etilhexiloxi) 1,4-fenileno-vinileno] y TiO_2 actuando como soporte o guía.

Otra investigación relacionada es la que la realizaron Yang Q. et al. (2004) titulada: Influence of Solvents on the Formation of Ultrathin Uniform Poly (vinyl pyrrolidone) Nanofibers with Electrospinning. Aunque ha habido muchos informes sobre la preparación y aplicaciones de varias nanofibras poliméricas con la técnica de Electrospinning, la comprensión de los parámetros sintéticos en Electrospinning sigue siendo limitada. En este artículo se investiga experimentalmente la influencia de los solventes sobre la morfología de las nanofibras de poli (vinilpirrolidona) (PVP) preparadas por Electrospinning de la solución de PVP en diferentes solventes, incluyendo etanol, diclorometano (MC) y N, N-dimetilformamida DMF). Usando soluciones de PVP al 4% en peso, las fibras de PVP preparadas a partir de solventes MC y DMF tenían una forma de nudo sobre una cuerda. En contraste, se obtuvieron nanopartículas de PVP lisas con etanol como solvente, aunque la distribución de tamaños de las fibras se amplió. En un esfuerzo por preparar nanopartículas PVP con diámetros pequeños y distribuciones de tamaños

estrechos, desarrollaron una estrategia de uso de solventes mixtos. Los resultados experimentales mostraron que cuando la relación de DMF a etanol era de 50:50 (w / w), se prepararon con éxito nanofibras cilíndricas de PVP con un diámetro de 20 nm. La formación de estas nanofibras más finas se podría atribuir a los efectos combinados de solventes de etanol y DMF que mejoran la viscosidad de la solución y la densidad de carga del chorro de polímero. Además, se obtuvo una interesante fibra helicoidal a partir de una solución de PVP al 20% en peso en un disolvente mixto de etanol / DMF 50:50 (w/ w).

Simonea S. et al (2010), realizaron una investigación titulada: Preparation of hollow fibre membranes from PVDF/PVP blends and their application in VMD. Donde prepararon fibras huecas micro porosas de poli (fluoruro de vinilideno) (PVDF) hidrofóbicas mediante la técnica de hilado en seco-húmedo. Se utilizó N, N-dimetilformamida (DMF) como solvente, mientras que se usaron agua y poli (vinilpirrolidona) (PVP) como aditivos formadores de poros. Se emplearon mezclas de DMF o etanol en agua como fluidos de perforación. Se exploró la influencia de diferentes parámetros sobre las características de las fibras. Particular atención se centró en la concentración de PVP y en la composición del fluido del agujero. Las fibras obtenidas presentan buena estructura, excelentes propiedades mecánicas, alta porosidad (hasta 80%) y un tamaño medio de poro comprendido entre 0,12 y 0,27 μm . Las fibras se ensayaron en la configuración de destilación de membrana de vacío (VMD), utilizando agua destilada como alimentación. Se investigó el efecto de las propiedades de la membrana en los flujos de vapor de agua. Para las membranas preparadas, los flujos medidos oscilaron entre 3,5 y 18 kg/m^2 a 50 °C y presión de vacío de 20 mbar. Algunas fibras seleccionadas se evaluaron para la estabilidad a largo plazo. Los resultados se observaron después de dos meses. Además, también se realizaron pruebas preliminares de VMD en aguas saladas, con el fin de verificar la idoneidad de las fibras para la desalinización del agua de mar.

Uno de los objetivos principales de este trabajo es medir las propiedades mecánicas de las fibras, específicamente el Módulo de Elasticidad o Módulo

de Young que se define como: la pendiente de la parte lineal de la curva de esfuerzo-deformación unitaria, es una medida de la rigidez de un material (Budynas & Nisbett, 2008)

Para medir las propiedades mecánicas se utilizó un Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) el microscopio de fuerza atómica (AFM) es hoy en día una herramienta estándar en la caracterización de muestras a escala atómica. Desde su invención en 1986 por Binnig y colaboradores, el AFM ha despertado el interés por parte de industria y academia, y es utilizado rutinariamente como herramienta de caracterización a nano escala. Además, ha sido y continúa siendo estudiado por varios grupos quienes tratan de comprender, explorar y mejorar sus capacidades. (López & Solares, 2014)

1.3. Definición del Problema

La necesidad de encontrar nuevos métodos de producción de materiales, hace que se realicen investigación de nuevas técnicas, en el campo de los polímeros el electrospinning es una alternativa con muchas aplicaciones a futuro, al ser un método versátil para la fabricación de fibras en el orden de nano y micrómetros, que pueden tener aplicaciones muy interesantes en la biomedicina, industria textil, sensores, filtración etc.

En la actualidad la técnica de electrospinning ha sido poco desarrollada en el país, se conoce pocos métodos para obtener fibras poliméricas que cumplan ciertas características para aplicaciones a futuro, por este motivo surge la necesidad de investigación en este campo.

Al ser las fibras poliméricas una opción para reemplazar materiales en aplicaciones a futuro, surge la necesidad de conocer a fondo el proceso para obtenerlas y su caracterización mecánica, dinámica, química, biodegradable, biocompatible etc. Al ser fibras muy pequeñas ha sido muy complicado estudiar su comportamiento y características, pero con el desarrollo de la tecnología en equipos de laboratorio, es posible estudiar a fondo los parámetros que intervienen en su producción y propiedades.

Este trabajo plantea la producción de fibras de Polivinilpirrolidona con solventes orgánicos (Etanol y Dimetilformamida DMF) por la técnica de electrospinning para su caracterización morfológica y mecánica, existen muy pocos estudios de propiedades mecánicas de fibras fabricadas por electrospinning debido a la complejidad que conlleva medir a escalas tan pequeñas, pero la Universidad de las Fuerzas Armadas- ESPE cuenta con los equipos necesarios para la producción y caracterización de estas fibras.

1.4. Objetivos

1.4.1 Objetivo General

Estudiar el efecto de diferentes tipos de solventes orgánicos (Dimetilformamida DMF y Etanol) en las propiedades morfológicas y mecánicas de fibras de Polivinilpirrolidona (PVP) mediante la técnica de Electrospinning.

1.4.2. Objetivos Específicos

- Identificar los valores adecuados como: Concentración con diferentes solventes, voltaje, distancia entre la punta y la placa colectora y caudal para la generación de fibras de Polivinilpirrolidona.
- Determinar propiedades mecánicas y morfológicas de las fibras de Polivinilpirrolidona utilizando los equipos del laboratorio de Reología y Microscopía de la ESPE.

1.5. Alcance del Proyecto

Este trabajo se enfoca en la obtención de fibras de Polivinilpirrolidona PVP K90 y solventes orgánicos (etanol y Dimetilformamida DMF) mediante la técnica de Electrospinning, para su posterior caracterización morfológica y mecánica, haciendo uso de los equipos de los laboratorios de Reología y Microscopía de la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE.

La primera etapa consiste en encontrar los valores adecuados de concentración del polímero en cada uno de los solventes, voltaje, distancia

punta colector, caudal para obtener fibras con las mejores propiedades morfológicas, basándose en investigaciones relacionadas.

La segunda abarca la observación de las fibras con la ayuda de un microscopio de barrido SEM, para determinar aquellas con las mejores propiedades morfológicas, y a estas medir sus propiedades mecánicas, específicamente el módulo de elasticidad con la ayuda de un microscopio de fuerza atómica AFM, posteriormente se realizará un análisis de la influencia de los solventes en las propiedades mecánicas de las fibras.

1.6. Justificación del Proyecto

La técnica de electrospinning es una herramienta fácil para la producción de fibras poliméricas, además de ser un proceso relativamente nuevo y que en los últimos años ha sido investigado en todo el mundo debido a su gran potencial en aplicaciones médicas e industriales.

Con el avance de la tecnología en equipos de laboratorio ahora es posible estudiar el comportamiento de materiales a escalas muy pequeñas como nanómetros o micrómetros para determinar distintas propiedades que ayudaran en un futuro a diversas aplicaciones.

Las aplicaciones para fibras poliméricas son muy variadas, por ejemplo, en el campo de prótesis médicas donde estas fibras pueden remplazar a materiales que se usan hoy en día para prótesis de huesos y tejidos, otras aplicaciones también están en filtros, Materiales compuestos, sensores etc.

La obtención de fibras mediante electrospinning es un campo poco conocido y poco investigado. En la Figura 1 se muestra la cantidad de publicaciones científicas por año desde 1994 hasta 2006 que están basadas en Electrospinning

Además, en nuestro país el ámbito de fibras poliméricas fabricadas por electrospinning es muy poco abordado, tomando en cuenta que este método de obtención se perfila como una excelente opción para el futuro en la fabricación de materiales para distintas aplicaciones.

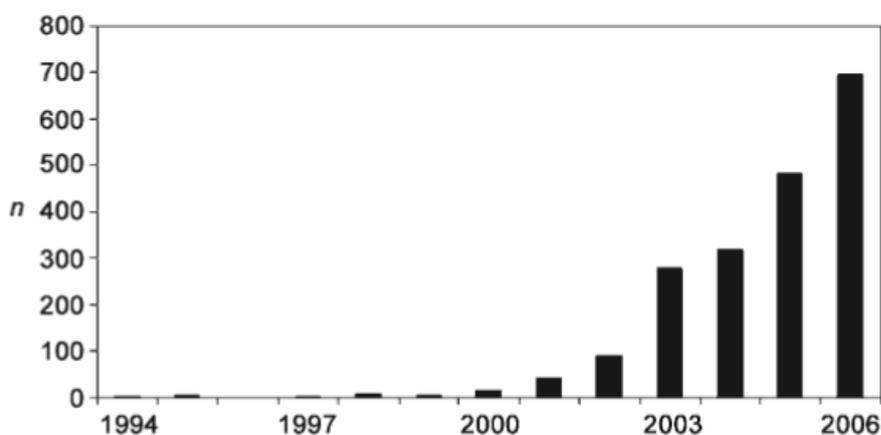


Figura 1 Número de publicaciones científicas y patentes por año (1994-2006) con la palabra clave "Electrospinning"

Fuente: (Greiner & Wendorf, 2007)

Surge pues así la necesidad de hacer un estudio de esta técnica, este trabajo además tiene como objetivo la caracterización morfológica y mecánica de las fibras ya que en documentos relacionados no existe muchos estudios acerca de esto debido a la complejidad de medir propiedades mecánicas a escalas tan pequeñas, pero en la Universidad se cuenta con los equipos necesarios para cumplir todos los objetivos.

Entonces, este trabajo desarrollará la metodología y procedimientos para la producción y caracterización de fibras de Polivinilpirrolidona PVP con diferentes solventes (etanol, Dimetilformamida DMF), además de un análisis de la influencia de solventes en las características morfológicas y mecánicas.

CAPÍTULO II

2. Marco Teórico

2.1. Electrospinning

En el electrospinning, se aplica un alto voltaje a una solución polimérica de manera que se induzcan cargas dentro del fluido. Cuando las cargas dentro del fluido alcanzaron una cantidad crítica, un chorro de fluido surgirá de la gota en la punta de la aguja resultando en la formación de un cono de Taylor. El chorro viajará hacia la región de menor potencial que, en la mayoría de los casos, es un colector conectado a tierra. Existen muchos parámetros que influirán en la morfología de las fibras resultantes, desde fibras con collares o “beads” hasta fibras con poros en su superficie. La mayoría de estudios de Electrospinning se llevan a cabo utilizando una solución polimérica. Por lo tanto, de los parámetros que afectan al Electrospinning la solución de polímero es de mayor interés y serán discutidos en mayores detalles en este capítulo. Los parámetros que afectan a Electrospinning y a las fibras pueden clasificarse ampliamente en parámetros de solución de polímero, condiciones de procesamiento que incluyen la tensión aplicada, la temperatura y el efecto del colector, y las condiciones ambientales. Con la comprensión de estos parámetros, se puede producir estructuras fibrosas de diversas formas y arreglos. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

2.1.1. Historia de los Procesos de Electrospinning

La técnica de Electrospinning para fabricar fibras se remonta a más de 60 años, este fenómeno fue observada por primera vez por Rayleigh en 1897, quien evaluó el efecto de inducir cargas eléctricas en chorros de agua, así como la inestabilidad asimétrica del flujo. Estudiada en detalle por Zeleny en 1914, a través del análisis del comportamiento de las gotas de solución en el extremo de un capilar y el inicio del proceso de modelamiento matemáticamente del comportamiento de los fluidos bajo las fuerzas electroestáticas y patentada por Cooley, Morton y Formhals, quienes en 1934 logró describir de forma explícita el proceso, para ello trabajó con acetato de

celulosa en su primera patente, para su segundo desarrollo ensambló un nuevo sistema con un mayor control de la distancia entre el capilar y el colector, con el cual redujo de forma considerable los inconvenientes observados en sus primeras investigaciones. Más adelante investigadores como Reneker 1994 – 1995 profundizaron en la técnica. Solo hasta hace pocos años debido a la demanda de materiales con dimensiones en escala nanométrica, la técnica de electrospinning se ha convertido en un proceso más atractivo gracias a la habilidad de transformar un amplio rango de materiales en forma de nanofibras a bajo costo y con relativa simplicidad (Duque, Rodriguez, & Lopez, 2013)

2.1.2. Técnica de electrospinning

El típico montaje para la ejecución de la técnica de electrospinning que se muestra en la Figura 2

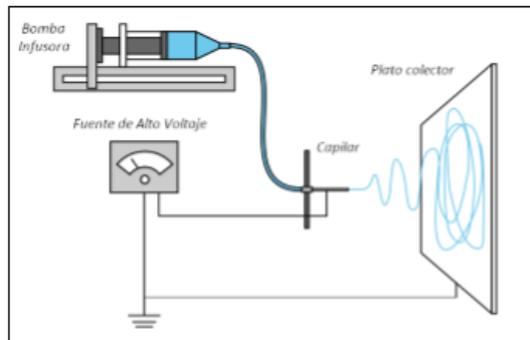


Figura 2 Ensamble del sistema de Electrospinning.

Fuente: (Duque, Rodriguez, & Lopez, 2013)

Consta de un capilar a través del cual debe ser expulsada la solución polimérica (aguja, cono, etc.); una fuente de alto voltaje que posee dos electrodos los cuales deben conectarse uno al lugar de salida de la solución y otro directamente al plato colector (lámina de metal conductor, mandril rotativo, etc.) donde se depositarán las fibras posteriores a la evaporación del solvente.

La técnica puede ser desarrollada de forma horizontal o vertical según se desee como se muestra en la Figura 3, el principal inconveniente al trabajar

en posición vertical es la posible salida de gotas de solución desde el capilar hacia el plato colector las cuales pueden caer sobre las fibras depositadas haciendo defectuosa la superficie de las mismas e interrumpiendo el proceso. Para impulsar la solución a través del capilar puede utilizarse una bomba de infusión; si se trabaja de forma horizontal con cono como capilar, la salida de la solución puede estar determinada por la fuerza de gravedad ligada a la viscosidad de la solución. (Duque, Rodriguez, & Lopez, 2013)

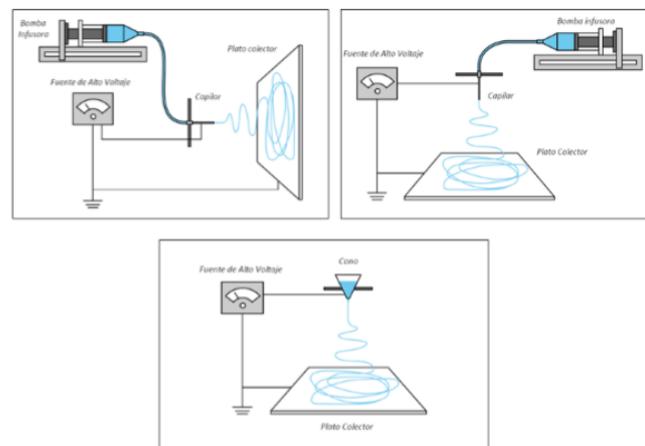


Figura 3 Diversos ensambles de la técnica de Electrospinning

Fuente: (Duque, Rodriguez, & Lopez, 2013)

Para el inicio del proceso, el polímero debe estar diluido en el o los solventes que permitan una disolución completa del mismo (debe ser completa, para evitar taponamiento del capilar durante el proceso) pero que a la vez promuevan la obtención de fibras homogéneas. Los polímeros son dieléctricos, en presencia de un campo eléctrico pueden considerarse como un arreglo de dipolos eléctricos microscópicos compuestos por cargas positivas y negativas cuyos centros no coinciden perfectamente, se mantienen en su lugar por acción de las fuerzas atómicas y moleculares, y solo pueden cambiar su posición ligeramente en respuesta a fuertes campos eléctricos externos, lo que explica por qué ocurre el estiramiento de la solución en el proceso. Son llamadas cargas ligadas en contraposición a cargas libres que determinan la conductividad en otro material “conductor”. En ocasiones para incrementar las propiedades dieléctricas de la solución, algunos solventes con

altas constantes dieléctricas son añadidos, esto favorece la formación de fibras con menos estructuras defectuosas (las estructuras defectuosas conocidas como “beads” decrecen la superficie por unidad de área del proceso) y con diámetros reducidos. Una vez se tiene la solución en el lugar sea jeringa o cono se inicia la aplicación de alto voltaje, cuando este potencial eléctrico se aplica, las cargas se acumulan promoviendo la formación de una gota en la punta del capilar, a medida que la intensidad del campo eléctrico se incrementa, la gota se alarga para crear una forma cónica conocida como cono de Taylor como se puede ver en la Figura 4. La fuerza del campo eléctrico supera las fuerzas de cohesión de la solución, en la mayoría de los casos dominada por la tensión superficial, es así como un chorro de solución de polímero inicia un viaje desde la punta del capilar hasta el plato colector; en su viaje, el chorro de solución polimérica es alargado debido a las interacciones electrostáticas entre las cargas cercanas a segmentos del mismo chorro, mientras tanto, el solvente se evapora, finalmente, las fibras se solidifican a su llegada al plato colector. Luego de ser extraídas del plato colector algunos autores sugieren mantener las fibras en vacío para eliminar el solvente remanente. Es importante tener precaución durante la ejecución del proceso ya que algunos solventes como el cloroformo, dimetilformamida y en general aquellos productos químicos nocivos, pueden emitir vapores perjudiciales para la salud, por lo que se recomienda incluir sistemas de ventilación y protección para quienes ejecutan el proceso. (Duque, Rodriguez, & Lopez, 2013)

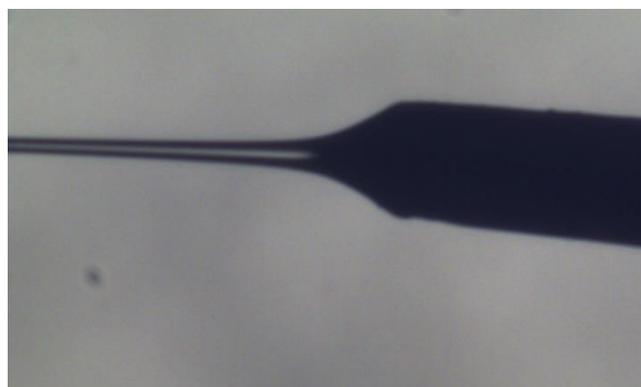


Figura 4 Proceso de electrospinning

2.1.3. Parámetros de la Técnica

Los parámetros de trabajo son muy importantes para comprender no sólo la naturaleza de la electrospinning, sino también la conversión de soluciones de polímero en nanofibras mediante electrospinning. Esos parámetros pueden ser ampliamente divididos en tres partes, tales como parámetros de solución, parámetros de proceso y parámetros ambientales. Cada uno de esos parámetros puede afectar a la morfología de las fibras y mediante el control adecuado de esos parámetros podemos fabricar fibras con morfologías y diámetros deseados. En esta sección se presenta una introducción concisa de estos parámetros y su influencia en las propiedades de la fibra. (Li & Wang, 2013)

2.1.3.1. Parámetros de la Solución

Las propiedades de la solución polimérica tienen la influencia más significativa en el proceso de Electrospinning y la morfología resultante de la fibra. La tensión superficial tiene una parte que jugar en la formación de perlas a lo largo de la longitud de la fibra. La viscosidad de la solución y sus propiedades eléctricas determinarán el grado de alargamiento de la solución. Esto a su vez tendrá un efecto sobre el diámetro de las fibras resultantes. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

Peso molecular y viscosidad

Uno de los factores que afectan a la viscosidad de la solución es el peso molecular del polímero. Generalmente, cuando un polímero de mayor peso molecular se disuelve en un solvente, su viscosidad será mayor que la solución del mismo polímero, pero de un peso molecular más bajo. Una de las condiciones necesarias para que se produzca el electrospinning es que la solución debe consistir en un polímero de peso molecular suficiente y la solución debe tener una viscosidad suficiente. A medida que el chorro sale de la punta de la aguja durante el electrospinning, la solución de polímero se estira mientras se desplaza hacia la placa colectora. Durante el estiramiento de la solución de polímero, es el enredo de las cadenas de moléculas que

impide que el chorro accionado eléctricamente se rompa manteniendo así un chorro de solución continua. (Buchko, Chen, Shen, & Martin, 1999)

El peso molecular del polímero representa la longitud de la cadena polimérica, que a su vez tiene un efecto sobre la viscosidad de la solución ya que la longitud del polímero determinará la cantidad de enredo de las cadenas poliméricas en el solvente. Otra forma de aumentar la viscosidad de la solución es aumentar la concentración de polímero. Similar al aumento del peso molecular, un aumento en la concentración dará lugar a mayores enredos de la cadena del polímero dentro de la solución que es necesario para mantener la continuidad del chorro durante la Electrospinning. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

Se encontró que los enmarañamientos de cadena polimérica tenían un impacto significativo sobre si el chorro de electrospinning se rompía en pequeñas gotitas o si las fibras resultantes contenían “beads” (Shenoy, Bates, Frisch, & Wnek, 2005). Aunque una cantidad mínima de enredos de cadena de polímero y, por lo tanto, la viscosidad es necesaria para el electrospinning, una viscosidad que es demasiado alta hará muy difícil bombear la solución a través de la aguja de la jeringa (Kameoka, Czapplewski, Liu, & Craighead, 2004). Además, cuando la viscosidad es demasiado alta, la disolución puede secarse en la punta de la aguja antes de que se pueda iniciar el Electrospinning. (Zhong, y otros, 2002)

Muchos experimentos han demostrado que se requiere una viscosidad mínima para cada solución de polímero para producir fibras (Megelski, Stephens, Chase, & Rabolt, 2002).

A una baja viscosidad, es común encontrar “beads” a lo largo de las fibras depositadas sobre la placa colectora. Cuando la viscosidad aumenta, se produce un cambio gradual en la forma de los “beads” desde esférico a husillo hasta que se obtiene una fibra lisa (Fong & Reneker, 1999). A una viscosidad más baja, la mayor cantidad de moléculas de solvente y menos enredos de cadena significará que la tensión superficial tiene una influencia dominante a lo largo del chorro de electrospinning haciendo que los “beads”

se formen a lo largo de la fibra. Cuando la viscosidad se incrementa lo que significa que hay una mayor cantidad de enredos de cadenas de polímero en la solución, las cargas sobre el chorro, podrán estirar completamente la solución con las moléculas de solvente distribuidas entre las cadenas de polímero. Con una viscosidad aumentada, el diámetro de la fibra también aumenta. Esto se debe probablemente a la mayor resistencia de la solución a ser estirada por las cargas sobre el chorro (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

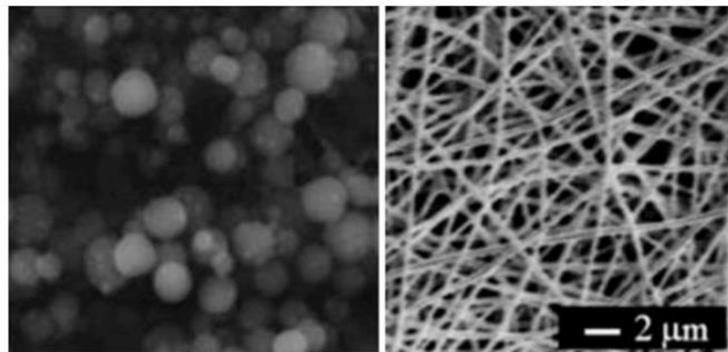


Figura 5 Imágenes de PAN con diferentes viscosidades en solución ajustando la concentración de la solución polimérica. Las concentraciones de izquierda y derecha son 1,3 y 15 % en peso, Respectivamente.

Fuente: (Li & Wang, 2013)

Concentración

Según Z. Li y C. Wang en su artículo *Effects of Working Parameters on Electrospinning* publicado en 2013, las concentraciones de la solución polimérica juegan un papel importante en la formación de la fibra durante el proceso de Electrospinning. Debe tenerse en cuenta cuatro concentraciones críticas de bajo a alto:

- Cuando la concentración es muy baja, se obtendrán micro (nano) - partículas poliméricas. En este momento, el electrospray se produce en lugar de electrospinning debido a la baja viscosidad y altas tensiones superficiales de la solución.

- Cuando la concentración es poco mayor, se obtendrá una mezcla de “beads” y fibras
- Cuando la concentración es adecuada, se pueden obtener nanofibras lisas
- Si la concentración es muy alta, se observarán micro-cintas en forma de hélice

En la Figura 6 se muestra la evolución de productos con diferentes solventes.

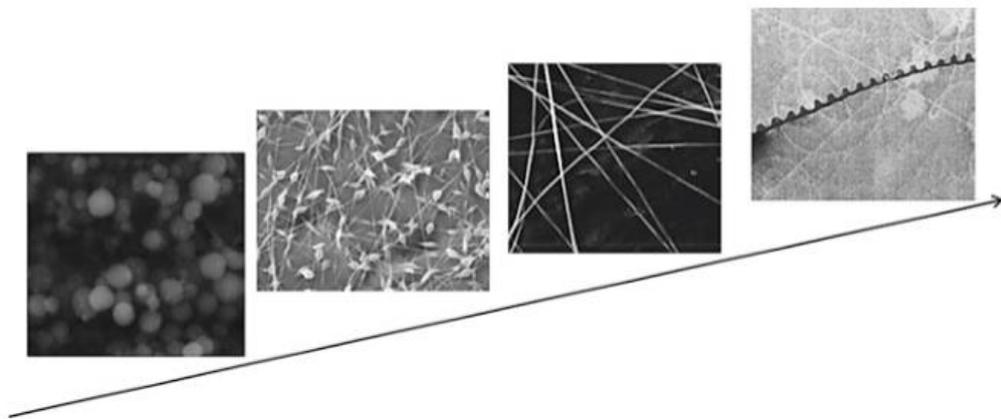


Figura 6 Imágenes de la evolución de los productos con diferentes concentraciones de baja a alta durante la Electrospinning.

Fuente: (Li & Wang, 2013)

Tensión superficial

La iniciación de electrospinning requiere que la solución cargada supere su tensión superficial. Sin embargo, a medida que el chorro viaja hacia la placa colectora, la tensión superficial puede causar la formación de “beads” a lo largo del chorro. La tensión superficial tiene el efecto de disminuir el área superficial por unidad de masa de un fluido. En este caso, cuando hay una alta concentración de moléculas de solvente libre, existe una mayor tendencia de las moléculas de disolvente a congregarse y adoptar una forma esférica debido a la tensión superficial. Una viscosidad más alta significa que hay una mayor interacción entre el solvente y las moléculas de polímero, por lo tanto, cuando la solución se estira bajo la influencia de las cargas, las moléculas de disolvente tenderán a esparcirse sobre las moléculas de polímero enredadas,

reduciendo así la tendencia de las moléculas de disolvente a unirse bajo la influencia de la tensión superficial. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

La tensión superficial, como la función de las composiciones solventes de la solución, es un factor muy importante en la electrospinning. En 2004, Yang y Wang investigaron sistemáticamente la influencia de las tensiones superficiales sobre las morfologías de fibras con PVP como modelo con etanol, DMF y MC como solventes. Encontraron que diferentes solventes pueden contribuir con diferentes tensiones superficiales. Con la concentración fija, reduciendo la tensión superficial de la solución, las fibras con “beads” se pueden convertir en fibras lisas. (Li & Wang, 2013)

Además, también demostraron que la tensión superficial y la viscosidad de la solución se pueden ajustar cambiando la relación de masa de la mezcla de solventes y las morfologías de la fibra. Básicamente, la tensión superficial determina los límites superior e inferior de electrospinning si se fijan todas las demás condiciones. (Li & Wang, 2013)

Conductividad de la solución

El electrospinning implica el estiramiento de la solución causada por la repulsión de las cargas en su superficie. Por lo tanto, si se aumenta la conductividad de la solución, pueden cargarse más cargas mediante el chorro de electrospinning. La conductividad de la solución puede aumentarse mediante la adición de iones. Además, la mayoría de los fármacos y proteínas forman iones cuando se disuelven en agua. Como se mencionó anteriormente, la formación de perlas se producirá si la solución no está completamente estirada. Por lo tanto, cuando se añade una pequeña cantidad de sal o polielectrolito a la solución, las cargas incrementadas soportadas por la solución aumentarán el estiramiento de la solución. Como resultado, se forman fibras lisas que de otro modo pueden producir fibras con reborde. El aumento en el estiramiento de la solución también tenderá a producir fibras de menor diámetro. (Zhong, y otros, 2002)

Sin embargo, hay un límite a la reducción en el diámetro de la fibra. A medida que se estira la solución, habrá una mayor fuerza viscoelástica que actúa contra las fuerzas de Coulomb de las cargas. (Choi, y otros, 2004)

Aunque se sabe que los solventes orgánicos son no conductores, muchos de ellos tienen un cierto nivel de conductividad. La solución preparada usando solventes de mayor conductividad generalmente produce fibras sin "beads" mientras que no se forman fibras si la solución tiene conductividad cero. (Jarusuwannapoom, y otros, 2005)

Efecto dieléctrico del solvente

Básicamente el solvente cumple dos roles importantes dentro del proceso de electrospinning: en primer lugar disolver las moléculas de polímero para formar el chorro con carga eléctrica y en segundo lugar llevar las moléculas de polímero disuelto hasta el colector, es por ello que las propiedades del solvente cumplen un rol fundamental dentro del proceso, la constante dieléctrica por ejemplo tiene gran influencia en el proceso de electrospinning, generalmente una solución con buenas propiedades dieléctricas reduce la formación de "beads" y el diámetro de las fibras resultantes. (Duque, Rodríguez, & Lopez, 2013)

Pueden añadirse solventes tales como (DMF) a una solución para aumentar su propiedad dieléctrica para mejorar la morfología de la fibra (Lee, Kim, Ra, & Lee, 2003). La inestabilidad de flexión del chorro de electrospinning también aumenta con una mayor constante dieléctrica. Esto se demuestra por el aumento del área de deposición de las fibras. Esto también puede facilitar la reducción del diámetro de la fibra debido a la mayor trayectoria del chorro. (Ramakrishna, Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

Sin embargo, si se añade un solvente de mayor constante dieléctrica a una solución para mejorar la facilidad del proceso, la interacción entre las mezclas tal como la solubilidad del polímero también tendrá un impacto sobre la morfología de las fibras resultantes. Cuando se añade DMF a una solución de poliestireno (PS), se forman "beads", aunque el proceso debería mejorar

debido a la mayor constante dieléctrica de DMF. Esto podría ser el resultado de la retracción de la molécula PS debido a la mala interacción entre PS y las moléculas del disolvente (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

2.1.3.2. Parámetros del Proceso

Otro parámetro importante que afecta al proceso de electrospinning es los diversos factores externos que ejercen sobre el chorro. Esto incluye la tensión suministrada, el avance, la temperatura de la solución, el tipo de colector, el diámetro de la aguja y la distancia entre la punta de la aguja y el colector. Estos parámetros tienen cierta influencia en la morfología de la fibra, aunque son menos significativos que los parámetros de la solución. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

Tensión

Un elemento crucial en electrospinning es la aplicación de un alto voltaje a la solución. El alto voltaje inducirá las cargas necesarias sobre la solución y junto con el campo eléctrico externo, iniciará el proceso electrospinning cuando la fuerza electrostática en la solución supera la tensión superficial de la solución. Generalmente, tanto un voltaje alto negativo como positivo de más de 6 kV es capaz de hacer que la gota de solución en la punta de la aguja se distorsione en la forma de un Cono Taylor durante la iniciación del chorro. Dependiendo del avance de la solución, se puede requerir un voltaje mayor para que el Cono Taylor sea estable. La fuerza de Coulomb repulsiva en el chorro estirará entonces la solución viscoelástica. Si el voltaje aplicado es mayor, la mayor cantidad de cargas hará que el chorro se acelere más rápidamente y se extraerá más volumen de solución desde la punta de la aguja. Esto puede resultar en un Cono Taylor más pequeño y menos estable (Zhong, y otros, 2002).

Algunos autores afirman que aplicar voltajes altos hace que más fluido se transporte en el chorro lo que resulta en fibras con mayores diámetros, otros afirman que un incremento en la aplicación del voltaje decrece el diámetro de las fibras y aumenta la probabilidad de obtener fibras con

defectos, lo cierto es que en la mayoría de los casos un voltaje alto permite un mayor estiramiento de la solución debido a la presencia de mayor fuerza de coulomb en el chorro y un fuerte campo eléctrico, todos estos factores promueven una reducción en el diámetro de las fibras. La influencia del voltaje depende además de las propiedades viscoelásticas del material base, por ello es importante analizar el comportamiento para cada polímero con su respectivo solvente. (Duque, Rodriguez, & Lopez, 2013)

En la Figura 7 se muestra fibras de PSF al 20% con diferentes voltajes.

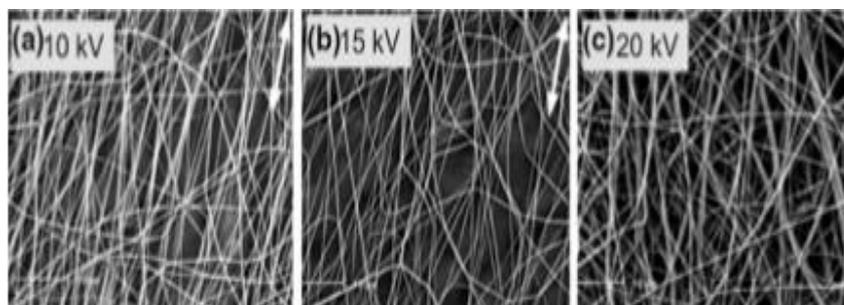


Figura 7 Las imágenes SEM de las fibras a partir de una solución de PSF al 20% en DMAC / acetona (9: 1) bajo diferentes tensiones. Los voltajes aplicados de a, b y c son 10, 15 y 20 kV, respectivamente. Los diámetros medios de a, b y c son 344 ± 51 , 331 ± 26 y 323 ± 22 nm, respectivamente.

Fuente: (Li & Wang, 2013)

Como tanto la tensión suministrada como el campo eléctrico resultante influyen en el estiramiento y la aceleración del chorro, tendrán una influencia sobre la morfología de las fibras obtenidas. En la mayoría de los casos, un voltaje más alto conducirá a un mayor estiramiento de la solución debido a las mayores fuerzas de coulomb en el chorro, así como el campo eléctrico más fuerte. Estos tienen el efecto de reducir el diámetro de las fibras. (Buchko, Chen, Shen, & Martin, 1999)

Caudal

El avance determinará la cantidad de solución disponible para electrospinning. Para un voltaje dado, hay un avance correspondiente si se quiere mantener un cono de Taylor estable. Cuando se incrementa el avance,

hay un aumento correspondiente en el diámetro de la fibra. Esto es evidente ya que hay un mayor volumen de solución que se extrae de la punta de la aguja (Zhong, y otros, 2002)

Generalmente, la velocidad de flujo más baja es más recomendada ya que la solución polimérica tendrá suficiente tiempo para la polarización. Si la velocidad de flujo es muy alta, se formarán fibras de perlas con un diámetro más grueso que la fibra lisa con un diámetro delgado debido al corto tiempo de secado antes de alcanzar el colector y a las bajas fuerzas de estiramiento. (Li & Wang, 2013)

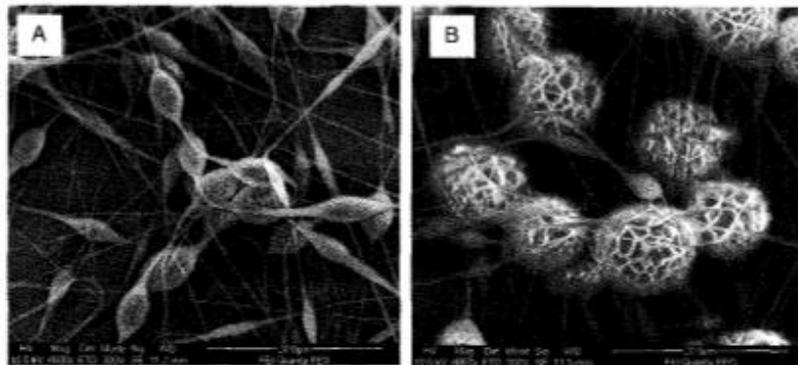


Figura 8 Las fibras de policaprolactona con un tamaño creciente de perlas con una velocidad de alimentación creciente a [A] 0,5 ml / hora y [B] 2 ml / h.

Fuente: (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

Efecto del Colector

Debe haber un campo eléctrico entre la fuente y el colector para electrospinning para iniciar. Por lo tanto, en la mayor parte de la instalación de electrospinning, la placa colectora está hecha de material conductor tal como lámina de aluminio que está conectada a tierra eléctricamente de manera que existe una diferencia de potencial estable entre la fuente y el colector. En el caso en que se utilice un material no conductor como colector, las cargas del chorro de electrospinning se acumularán rápidamente, lo que dará como resultado menos fibras depositadas (Liu & Hiseh, 2002). Las fibras que se recogen sobre el material no conductor tienen normalmente una densidad de empaquetamiento más baja en comparación con las recogidas

en una superficie conductora. Esto es causado por las fuerzas repulsivas de las cargas acumuladas en el colector a medida que se depositan más fibras. Para un colector conductor, las cargas sobre las fibras se disipan permitiendo así que más fibras sean atraídas hacia el colector. Las fibras son capaces de empaquetar juntos como resultado (Liu & Hiseh, 2002)

Durante el proceso de electrospinning, los colectores usualmente actúan como sustrato conductor para recoger las fibras cargadas. Generalmente, la lámina de Al se usa como un colector, pero es difícil transferir las nanofibras recogidas a otros sustratos para diversas aplicaciones. Con la necesidad de transferencia de fibras, se han desarrollado diversos colectores, incluyendo malla de alambre, clavija, rejillas, barra paralela o con rejilla, barras giratorias o rueda (Li & Wang, 2013)

Distancia Punta colector

En varios casos, el tiempo de vuelo, así como la intensidad del campo eléctrico, afectarán al proceso de electrospinning ya las fibras resultantes. La variación de la distancia entre la punta y el colector tendrá una influencia directa tanto en el tiempo de vuelo como en la intensidad del campo eléctrico. Para que se formen fibras independientes, el chorro de electrospinning debe tener tiempo suficiente para evaporar la mayor parte de los disolventes. Cuando se reduce la distancia entre la punta y el colector, el chorro tendrá una distancia menor para desplazarse antes de que alcance la placa colectora. Además, la intensidad del campo eléctrico también aumentará al mismo tiempo y esto aumentará la aceleración del chorro al colector. Como resultado, puede que no haya suficiente tiempo para que los disolventes se evaporen al golpear el colector. Cuando la distancia es demasiado baja, el exceso de solvente puede hacer que las fibras se fusionen cuando se ponen en contacto para formar uniones que dan lugar a una unión inter e intra-capa como se muestra en la Figura 9. (Buchko, Chen, Shen, & Martin, 1999)

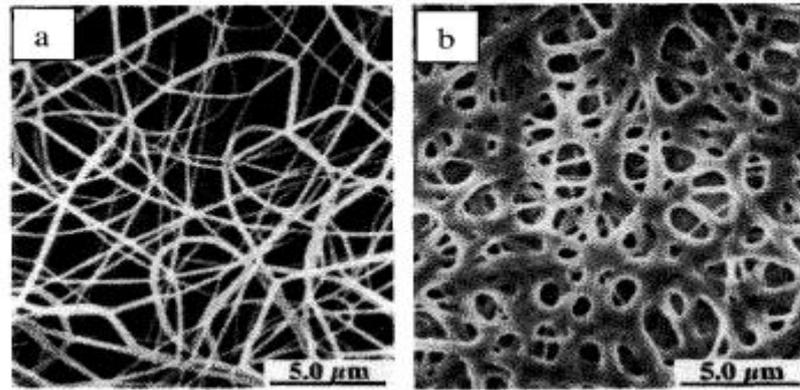


Figura 9 Fibras de Nylon (a) distancia de deposición de 2 cm y (b) distancia de deposición de 0,5 cm

Fuente: (Buchko, Chen, Shen, & Martin, 1999)

Se ha demostrado que la distancia entre el colector y la punta de la jeringa también puede afectar el diámetro y las morfologías de la fibra. En resumen, si la distancia es demasiado corta, la fibra no tendrá tiempo suficiente para solidificarse antes de llegar al colector, mientras que, si la distancia es demasiado larga, puede obtenerse fibra de talón. Se sabe que un aspecto físico importante de la fibra es la sequedad del solvente, por lo que se recomienda una distancia óptima. (Li & Wang, 2013)

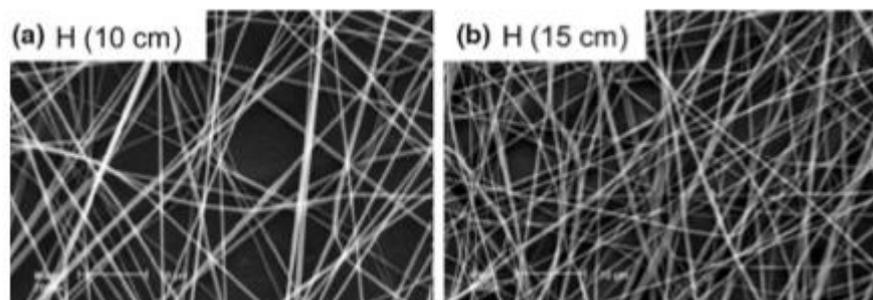


Figura 10 Las imágenes SEM de las fibras PSF de 20 % PSF / DMAC solución a 10 kV con diferentes distancias. Las distancias de a y b son 10 y 15 cm, respectivamente. Los diámetros de a y b son 438 ± 72 y 368 ± 59 nm,

Fuente: (Li & Wang, 2013)

Dependiendo de la propiedad de la solución, el efecto de variar la distancia puede o no tener un efecto significativo sobre la morfología de la

fibra. En algunos casos, el cambio de la distancia no tiene efecto significativo sobre el diámetro de la fibra. Sin embargo, se observó que los “beads” se formaban cuando la distancia era demasiado baja (Megelski, Stephens, Chase, & Rabolt, 2002). La formación de perlas puede ser el resultado de una mayor intensidad de campo entre la punta de la aguja y el colector. Disminuir la distancia tiene el mismo efecto que aumentar la tensión suministrada y esto causará un aumento en la intensidad del campo. Como se mencionó anteriormente, si la intensidad de campo es demasiado alta, la mayor inestabilidad del chorro puede estimular la formación de “beads” (Deitzel, Kleinmeyer, Harris, & Tan, 2001); (Zhong, y otros, 2002). Sin embargo, si la distancia es tal que la intensidad de campo está en un valor óptimo, hay menos perlas formadas como el campo electrostático proporciona suficiente fuerza de estiramiento al chorro (Jarusuwannapoom, y otros, 2005)

Diámetro del orificio / aguja de la pipeta

El diámetro interno de la aguja o el orificio de la pipeta tiene cierto efecto sobre el proceso de electrospinning. Se encontró que un diámetro interno menor reducía la obstrucción, así como la cantidad de “beads” en las fibras (Mo, Xu, Kotaki, & Ramakrishna, 2004). La reducción de la obstrucción podría deberse a una menor exposición de la solución a la atmósfera durante el electrospinning. También se encontró que la disminución del diámetro interno del orificio produjo una reducción en el diámetro de las fibras. Cuando disminuye el tamaño de la gota en la punta del orificio, como en el caso de un diámetro interior más pequeño del orificio, aumenta la tensión superficial de la gota. Para la misma tensión suministrada, se requiere una mayor fuerza de Coulomb para provocar el inicio del chorro. Como resultado, la aceleración del chorro disminuye y esto permite más tiempo para que la solución se estire y se alargue antes de ser recogida.

Sin embargo, si el diámetro del orificio es demasiado pequeño, puede no ser posible extruir una gota de solución en la punta del orificio. (Ramakrishna, Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

2.1.3.3. Parámetros Ambientales

El efecto del chorro de electrospinning que rodea es un área que todavía no ha sido del todo investigada. Cualquier interacción entre la solución circundante y la solución polimérica puede tener un efecto sobre la morfología de la fibra. Se encontró que una alta humedad provocaba la formación de poros en la superficie de las fibras. Debido a que el electrospinning está influenciado por el campo eléctrico externo, cualquier cambio en el ambiente también afectará el proceso electrospinning. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

Humedad

En el estudio de las películas delgadas, la formación de poros en la superficie se atribuye a la humedad. Esto también puede ocurrir durante el electrospinning ya que el vapor de agua puede condensarse sobre la superficie del chorro debido al enfriamiento de la superficie del chorro como resultado de la evaporación rápida del solvente volátil. Los poros se crean cuando el agua y el solvente eventualmente se evapora. Aunque los poros formados en la película delgada debido a la humedad son uniformes, los poros vistos en las fibras no lo son y esto pueden ser debido a la condición dinámica del chorro de electrospinning en comparación con la condición estática donde los efectos de figuras del aliento se ven en películas finas (Megelski, Stephens, Chase, & Rabolt, 2002)

La humedad del ambiente determinará también la velocidad de evaporación del solvente en la solución. A una humedad muy baja, un solvente volátil puede secarse muy rápidamente. La evaporación del solvente puede ser más rápida que la eliminación del solvente de la punta de la aguja. Como resultado, el proceso de electrospinning sólo puede llevarse a cabo durante unos minutos antes de que la punta de la aguja esté obstruida (Baumgarten, 1971)

El efecto de la humedad sobre cargas electrostáticas sobre superficies no conductoras ha sido ampliamente estudiado. Los estudios sobre partículas

de vidrio transportadas en un tubo de cobre con conexión a tierra habían encontrado que a mayor humedad relativa ($> 76\%$), no había cargas sobre las partículas. Con la humedad decreciente, hubo un aumento en la cantidad de carga sobre la partícula (Nieh & Nguyen, 1988)

En la Figura 11 se puede ver los resultados de un estudio donde se analiza la morfología superficial variando la humedad.

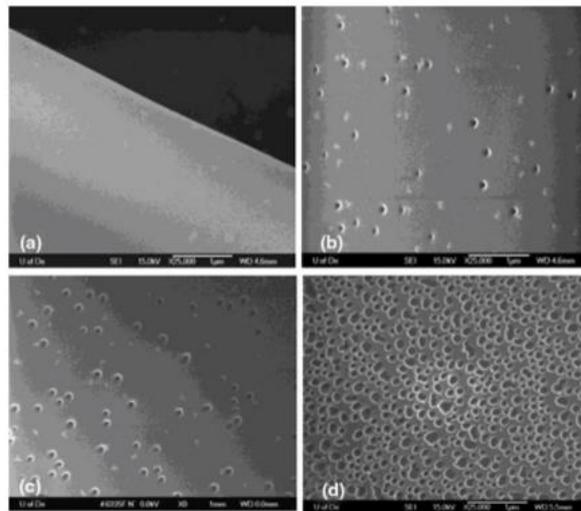


Figura 11 Imágenes de las morfologías superficiales de las fibras de PS bajo humedad variable: a) 25%, b) 31-38%, c) 40-45%, d) 50-59%,

Fuente: (Li & Wang, 2013)

Temperatura

La temperatura de la solución tiene tanto el efecto de aumentar su velocidad de evaporación como de reducir la viscosidad de la solución polimérica. Cuando las fibras se producen a una temperatura más alta, las fibras producidas tienen un diámetro más uniforme (Demir, Yilgor, Yilgor, & Erman, 2002). Esto puede deberse a la menor viscosidad de la solución ya una mayor solubilidad del polímero en el disolvente que permite un estirado más uniforme de la solución. Con una viscosidad más baja, las fuerzas de Coulomb son capaces de ejercer una mayor fuerza de estiramiento sobre la solución, dando como resultado fibras de menor diámetro (Mit, Nithitanakul, & Supaphol, 2004). El aumento de la movilidad de las moléculas de polímero

debido al aumento de la temperatura también permite que la fuerza Coulomb extienda aún más la solución. Sin embargo, en los casos en que se añaden sustancias biológicas tales como enzimas y proteínas a la solución para electrospinning, el uso de alta temperatura puede hacer que la sustancia pierda su funcionalidad.

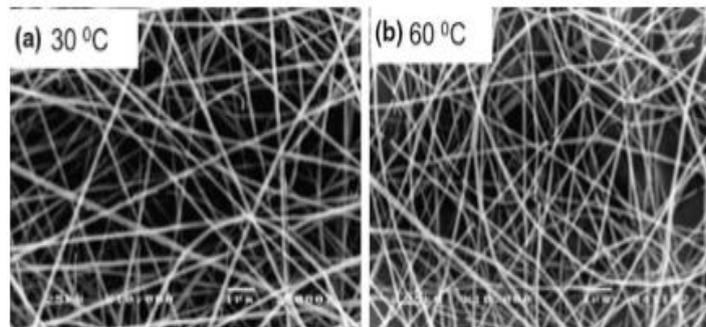


Figura 12 Imágenes SEM de las fibras PA-6-32 bajo diferentes temperaturas. Las temperaturas de a y b son 30 y 60°C, respectivamente. Los diámetros de a y b son 98 y 90 nm, respectivamente

Fuente: (Li & Wang, 2013)

Tipo de atmosfera

La composición del aire en el entorno de electrospinning tendrá un efecto en el proceso. Diferentes gases tienen diferentes comportamientos bajo un alto campo electrostático. Por ejemplo, el helio se descompone bajo un campo electrostático de alta y, por lo tanto, el electrospinning no es posible. Sin embargo, cuando se usa un gas con mayor tensión de ruptura, como Freon-12, las fibras obtenidas tienen el doble del diámetro de las en el aire, dado que todas las demás condiciones son iguales (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

2.1.4. Fuerzas en el Proceso

Las Fuerzas que intervienen en el Proceso de Electrospinning están estrechamente ligadas a la morfología y propiedades mecánicas de las fibras, por lo que es necesaria su comprensión a la hora de experimentar.

Recordamos la Segunda Ley de movimiento de Newton

$$m \frac{d^2P}{dt^2} = \sum f \quad (1)$$

Donde

m = masa equivalente

Y las diversas fuerzas se suman como

$$\sum f = f_c + f_\varepsilon + f_v + f_s + f_A + f_G + \dots \quad (2)$$

En la que los subíndices C, E, V, S, A y G corresponden a las fuerzas de Coulomb, de campo eléctrico, viscoelásticas, de tensión superficial, de resistencia al aire y de gravitación, respectivamente. Una descripción de cada una de estas fuerzas se resume en la Tabla 1

Tabla 1

Descripción de fuerzas o términos relacionados con ellos.

Fuerzas o tensiones	Nodos discretos
Coulomb	$f_c = \frac{e^2}{l^2}$
Campo Eléctrico	$f_E = \frac{eV_0}{h}$
Viscoelástica	$\frac{d\sigma_v}{dt} = \frac{G}{L} \frac{dl}{dt} - \frac{G}{\mu} \sigma_v$
Tensión superficial	$f_s = \frac{\alpha\pi R^2 k}{\sqrt{x_i^2 + y_i^2}} [i x sign(x) + j y sign(y)]$
Resistencia del Aire	$f_A = 0.65\pi R \rho v^2 \left(\frac{2vR}{v_{air}} \right)$
Gravitacional	$f_G = \rho g \pi R^2$

Fuente: (Renekar , Yarin, Fong, & Koomhongse, 2000)

Donde:

e = Carga

l = Longitud del chorro rectilíneo ideal

V_0 = Tensión aplicada

h = Distancia de la gota colgante al colector de tierra

σ_V = Tensión viscoelástica

G = Módulo de elasticidad

μ = Viscosidad

α = Coeficiente de tensión superficial

k = Curvatura del chorro

ρ = Densidad

ν = Viscosidad cinemática

2.1.5. Aplicaciones del electrospinning

Como se introdujo en los capítulos anteriores, se ha aplicado mucho esfuerzo a las nanofibras poliméricas fabricadas por electrospinning para comprender los fenómenos fundamentales del proceso de fabricación, así como las propiedades físicas y químicas desde el punto de vista de la ciencia de los materiales. El 60% de las investigaciones de nanofibras poliméricas de electrospinning se han dedicado a los estudios de su procesamiento y caracterización. En consecuencia, los investigadores de nanofibras son capaces de controlar de forma flexible la morfología de las fibras, el diámetro de las fibras y el patrón de deposición de las fibras. Estos desarrollos han dado mucho ímpetu al sueño de realizar las aplicaciones potenciales de las nanofibras. Las principales aplicaciones posibles se clasifican en Bioingeniería, Ingeniería Ambiental y Biotecnología, Energía y Electrónica y Defensa y Seguridad. En todas las áreas, la demanda de nuevos materiales nuevos se ha aspirado y las nanofibras de polímero fabricadas por electrospinning podrían hacer la nueva ola de investigación. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

2.1.5.1. Liberación de Fármacos

En general, los pacientes que sufren de enfermedades toman la droga por vía oral. Aunque el fármaco se administra al sitio dañado, la cantidad de fármaco administrado disminuye frente a la dosis inicial de fármaco, ya que los fármacos también se propagan al sitio sano a través de órganos digestivos. Por lo tanto, los pacientes ocasionalmente necesitan tomar una cantidad excesiva de fármaco durante varias veces, lo que puede inducir efectos secundarios indeseables. Se considera que la dosis de fármaco ideal es entregar la cantidad mínima requerida de fármaco al sitio de la enfermedad. Además, la cantidad minimizada de fármacos debe ser absorbida eficazmente en el sitio de la enfermedad. Generalmente, la captación de fármaco en el cuerpo humano es más rápida con el tamaño más pequeño del fármaco y su material de recubrimiento. Por lo tanto, el sistema de administración de fármacos se ha desarrollado utilizando materiales poliméricos en forma de nano o micropartículas (Kim, y otros, 2004). Aunque estos materiales poliméricos de suministro de fármacos mejoraron el efecto terapéutico y redujeron el efecto secundario, todavía hay que abordar cómo controlar con precisión la velocidad de liberación del fármaco. Basándose en estos antecedentes, los investigadores se han centrado recientemente en el uso de membranas de nanofibras de polímero que encapsulan fármacos médicos en lugar de materiales poliméricos convencionales. (Kim, y otros, 2004)

2.1.5.2. Tejidos

Los Tejidos de polímeros se utilizan para reparar los tejidos humanos dañados. Las células sembradas se adhieren y crecen en andamios de tejidos sumergidos en el medio de cultivo de nutrientes y los andamios con células se implantan en los defectos del tejido humano. Hasta el momento se han desarrollado muchos tipos diferentes de prótesis de tejido hechos de una estructura de material de tamaño micrométrico. Sin embargo, los investigadores se dieron cuenta de que todos los tejidos humanos tales como vasos sanguíneos, cartílagos, huesos, nervios y piel, consisten en formas nano fibrosas desde el punto de vista biológico. Este hallazgo trajo la atención

del investigador a andamios nano estructurados, y se esperaba un crecimiento celular mejorado a través de tales andamios en los tejidos dañados. Por lo tanto, podemos ver mucho potencial de la utilización de nanofibras de polímero fabricadas por electrospinning para reparar tejidos humanos. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

Vaso sanguíneo

Los vasos sanguíneos desempeñan una función muy importante de llevar y transportar sangre hacia y desde el corazón. Como actualmente no hay prótesis o andamios sintéticos aceptables para vasos sanguíneos de pequeño diámetro, los cirujanos tienen que cosechar el propio vaso sanguíneo del paciente para el trasplante. Este procedimiento no sólo requiere mucho tiempo, también puede conducir a complicaciones y aumenta significativamente el tiempo de recuperación para el paciente. También restringe el número de pacientes que son adecuados para la cirugía debido a los vasos limitados en el cuerpo apropiado para el trasplante. Como resultado, ha habido muchos intentos de construir un sustituto viable de vasos sanguíneos. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

Con el fin de construir prótesis de vasos sanguíneos, es importante entender las estructuras básicas de los vasos sanguíneos naturales. La estructura general de un vaso sanguíneo contiene tres capas, una túnica íntima (capa más interna), una túnica media (capa media) y una túnica adventicia (capa más externa). La túnica íntima consiste en un revestimiento de células endoteliales (ECs) y una capa subyacente de tejido conectivo con fibras elásticas. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

Hay muchos métodos propuestos para obtener el andamio de vasos sanguíneos artificiales. Estos incluyen el uso de malla polimérica (Hoerstrup, y otros, 2001) Andamio tubular enrollado de filamentos hechos de fibras de micrón (Gershon, Marom, & Cohn, 1990). Los vasos sanguíneos artificiales se pueden construir basados en andamios de colágeno o andamios biodegradables (Shum, y otros, 1999).

Cartílago

El cartílago es un tejido conectivo denso que es hasta cierto punto flexible, haciéndolo resiliente. Estas características se deben a la naturaleza de su matriz, que es rica en proteoglicanos que consiste en una proteína de núcleo unida por las unidades repetitivas de disacáridos denominados glicosaminoglicanos (GAGs). El ácido hialurónico (HA), el sulfato de condroitina y el sulfato de queratina son los GAG más abundantes encontrados en el cartílago. La matriz también tiene fibras de colágeno, pero éstas son de una naturaleza más fina (Colágeno Tipo II vs Colágeno Tipo I) que las fibras de colágeno en la mayoría de los otros tejidos conectivos. Las macromoléculas están unidas a las finas fibras de colágeno por interacciones electrostáticas y glicoproteínas de reticulación. Hay 3 tipos de cartílago: cartílago hialino (tipo más abundante), cartílago elástico y cartílago fibra. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

El electrospinning ha proporcionado una base para la fabricación de matrices únicas y andamios para la ingeniería de tejidos y una aplicación fuerte en la ingeniería biomédica. El diseño estructural de las matrices artificiales o andamios que imitan la estructura supramolecular y las funciones biológicas de la matriz extracelular (ECM) es una cuestión clave en la ingeniería de tejidos y el desarrollo de órganos artificiales. En la ingeniería de tejidos de cartílago, las células madre mesenquimales (MSC) se utilizan comúnmente para la regeneración del cartílago. Los andamios nano fibrosos PCL estructuralmente similares a ECM pueden representar estructuras prometedoras para aplicaciones de ingeniería de tejidos. Los andamios nano-fibrosos tridimensionales se caracterizan por su alta porosidad, con una amplia distribución de diámetro de poro, alta relación superficie-volumen y similitudes morfológicas con fibrillas naturales de colágeno. Estos andamios nano fibrosos se fabrican fácilmente en cualquier forma y tamaño según sea necesario clínicamente y también proporcionan una estabilidad mecánica en la reparación de cartílago de ingeniería de tejidos. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

Huesos

El hueso es un tejido conjuntivo que se distingue por el hecho de que su matriz está mineralizada por fosfato de calcio en forma de cristales muy similares a la hidroxiapatita (mineral de fosfato de calcio). Los minerales se encuentran ambos en las fibras de colágeno (Tipo I) que constituyen alrededor del 95% de la matriz, y en la sustancia fundamental. El hueso es resistente y duro. Su resiliencia se debe a la materia orgánica (colágeno), su dureza debido a los minerales inorgánicos. El hueso sirve como sitio de almacenamiento de calcio y fosfato. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005). Desarrollar sustancias naturales o sintéticas para reemplazar los tejidos, órganos o funciones del cuerpo es el objetivo de la investigación de biomateriales. En la ingeniería de tejidos, los compuestos sintéticos se utilizan para aumentar el tejido vivo del paciente. Los injertos óseos de ingeniería tisular se han utilizado para llenar defectos en el hueso causados por estados clínicos o trauma, tales como fracturas con pérdida ósea, infección ósea o tumores óseos. Un injerto óseo es una pieza de hueso trasplantada a otra parte del esqueleto donde se necesita para mejorar la función o fortalecer la estructura del área. A veces un injerto de hueso se toma de un cadáver, pero por lo general se cosecha del paciente para el que se utilizará. Aparte de la sangre, el hueso es el tejido más frecuentemente trasplantado en los seres humanos. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

2.1.5.3. Apósito para heridas

El vendaje de la herida es una terapia para reparar la piel dañada por emboscada y lesión. Hasta el momento la membrana de nanofibras exhibió el potencial en el campo de apósito. La membrana alcanzó una adherencia uniforme en la superficie húmeda de la herida sin ninguna acumulación de fluido (Bhattarai , y otros, 2004). El vendaje de la herida con la membrana de nanofibras puede cumplir los requisitos tales como permeación de gas más alta y protección de la herida de la infección y de la deshidratación. El objetivo del vendaje de heridas es la producción de una estructura ideal, que da mayor porosidad y buena barrera. Para alcanzar este objetivo, los materiales para el

vendaje de heridas deben seleccionarse cuidadosamente y la estructura debe ser controlada para confirmar que tiene buenas propiedades de barrera y permeabilidad al oxígeno. La tasa de epitelización se incrementó y la dermis se organizó bien en la membrana y proporcionó un buen soporte para la cicatrización de heridas (Khil, Cha, Kim, Kim, & Bhattarai, 2003). Este vendaje de heridas mostró pérdida de vapor de agua controlada, excelente permeabilidad al oxígeno y capacidad de drenaje de fluido mejorada debido a las nanofibras con porosidad y propiedad inherente del poliuretano.

2.1.5.4. Filtro de medios

En la fábrica industrial, la oficina de trabajo y la sala de operaciones quirúrgicas higiénicas, la purificación del aire es un requisito esencial para proteger a la gente y el equipo de precisión. Los medios de filtración se utilizan para purificar el aire que contiene partículas sólidas (virus, polvo, etc.) y partículas líquidas (smog, agua evaporada y disolventes químicos, etc.). Hasta el momento, se ha utilizado un filtro de alto contenido de aire (HEPA) hecho de malla de fibra de vidrio no tejida para capturar partículas (Maus, Goppelsroder, & Umhauer, 1997). Sin embargo, el tamaño de poro de la malla debe ser de malla pequeña o gruesa es necesario para eliminar las partículas ultra finas, lo que significa que una diversión de filtración necesita soplar el aire con alta presión. Por el contrario, el soplado de aire con menor presión conduce a una mala ventilación a través de un medio filtrante. Este tipo de propiedad se denomina "caída de presión" y se requiere una menor caída de presión a un medio filtrante excelente. En este contexto, las membranas de nanofibras fabricadas por electrospinning han ganado un gran potencial (Suthar & Chase, 2001).

2.1.5.5. Textiles

Los tejidos compuestos de nanofibras se pueden utilizar en combinación con textiles convencionales (por ejemplo, como entretelas) para modificar las propiedades de los textiles. El objetivo puede ser aumentar la resistencia al viento, regular la permeabilidad al vapor de agua, optimizar el

comportamiento de aislamiento térmico o dar al tejido una funcionalidad específica (como el efecto de loto, el filtrado de aerosoles o la protección contra peligros químicos o biológicos). La transición de microfibras a nanofibras tejidas lleva a cambios significativos en los procesos de transporte del material como resultado de la dramática reducción de las dimensiones de los poros y el gran aumento de la superficie interna. Por ejemplo, en el caso de la difusión de gas, que es importante con respecto al aislamiento térmico, existe una transición desde el régimen de difusión normal (en el que el camino de difusión está determinado por los impactos entre las partículas de gas) a otro régimen. La trayectoria de difusión se determina principalmente por los impactos entre las partículas de gas y las fibras). La situación es similar para la permeación viscosa de líquidos a través de tejidos: el coeficiente de permeación está directamente correlacionado con el radio medio de fibra. (Greiner & Wendorf, 2007)

2.1.5.6. Energía y aplicaciones eléctricas

Batería de polímero

Con respecto a las baterías de polímero, los polímeros conductores tales como fluoruro de polivinilideno. poliacrilonitrilo (PAN), poli (cloruro de vinilo) (PVC) se han utilizado como estado de gel con solución de electrolito. Como la geometría de las baterías de polímero se puede compactar en un pequeño paquete, el objetivo del campo de las baterías de polímero es móvil y baterías de PC portátiles. En este campo, se ha esperado el uso de fibras de polímero de electrospinning debido a la estructura de poros y la red de fibras de tamaño sub-micrón a nano. Una estructura de poros de membrana fibrosa nano conduce a una alta absorción de electrolitos, mientras que una gran superficie de la red de nanofibras contribuye a una conductividad iónica excelente (Choi, y otros, 2004) también señaló que los electrolitos de gel de polímero convencionales necesitan abordar la dificultad de manipulación para la fabricación a alta velocidad de baterías de polímero de litio. Por lo tanto, algunos grupos de investigación han estado trabajando en el diseño de

nuevas baterías de polímero utilizando nanofibras poliméricas conductoras (Choi, y otros, 2004)

Condensador de polímero

Excepto las baterías de polímero, otra energía y aplicación eléctrica de nanofibras conductoras es súper capacitor informado por el grupo de (Kim, y otros, 2004), y se aplicó un proceso de carbonización a 700, 750, 800 y 850 ° C durante 30 minutos bajo atmósfera de nitrógeno. El tamaño medio de poro y el área superficial específica de las nanofibras de carbón activado (ACNF) son respectivamente 0,64 ~ 0,66 nm y 500 ~ 1220 m² / g. Las células del súper capacitor fueron ensambladas por el electrodo de la nanofibra de ACNF, la solución acuosa de KOH, el separador del polipropileno y la hoja de Ni de 50um de espesor. Se encontró que las nanofibras de ACNF activadas a temperatura más alta exhibían un tiempo de carga y descarga más largo para ser calculado como una capacidad específica más alta. La capacidad específica de las células super capacitoras diseñadas dependía de la temperatura activada y las nanofibras ACNF activadas a 850 ° C indicaban el valor más alto. En otro ensayo (Kim, y otros, 2004), las nanofibras de ACNF derivadas de fibras de electrospinning de poli (ácido amónico) exhibieron una conductividad eléctrica elevada (Kim, y otros, 2004)

2.1.5.7. Sensores

El papel de los sensores es transformar las respuestas físicas o químicas en una señal eléctrica basada en la aplicación dirigida. Hasta ahora, las nanofibras de polímero por electrospinning han sido investigadas como sensores de gas, sensores químicos, sensores ópticos y biosensores. Se considera que los sensores de alta sensibilidad pueden ser ensamblados por nanofibras que poseen alta relación superficie-volumen. En algunos casos reemplazan el material de detección interfacial de sensores convencionales con membranas nano fibrosas. El principio de los sensores de nanofibras es utilizar la reacción química o física entre un material objetivo y un material de detección. Además, los sensores convierten el resultado de esos fenómenos

químicos o físicos en la salida eléctrica y finalmente se realiza la medición cuantitativa de los materiales detectados. (Ramakrishna , Fujihara, Teo, Lim, & Ma, 2005)

2.2. Medición de propiedades morfológicas y mecánicas

El presente trabajo pretende determinar la influencia de solventes orgánicos (Etanol y DMF) en la morfología y propiedades mecánicas de fibras de PVP.

Para dar un criterio de las propiedades morfológicas de las fibras de PVP, es necesario verlas en una escala nanométrica, esto se pudo realizar con ayuda del microscopio electrónico de barrido SEM, con la ayuda del laboratorio de microscopía de la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE.

Uno de los principales objetivos del presente trabajo es medir las propiedades mecánicas de las fibras, específicamente el Módulo de Elasticidad o Módulo de Young que se define como: la pendiente de la parte lineal de la curva de esfuerzo-deformación unitaria, es una medida de la rigidez de un material (Budynas & Nisbett, 2008) para ello se utilizará el Microscopio de Fuerza Atómica con la ayuda del Centro de Microscopía Avanzada de la Universidad de Antioquia-Colombia .

2.2.1. Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

La posibilidad de observar muestras íntegras y en sus tres dimensiones mediante la microscopía electrónica, fue hecha realidad con la aparición del microscopio electrónico de "scanning" (SEM) o de barrido, en el año 1965. (Jaime & Magdalena)

El fundamento del SEM radica en que los electrones emitidos por un cátodo de tungsteno pasan a través de una columna en la que se ha hecho un vacío. (Jaime & Magdalena)

Concretando, se puede decir que una de las principales características de este instrumento es la existencia de una correspondencia biunívoca (punto a punto) establecida entre la muestra a examinar y la imagen formada,

correspondencia que se establece al mismo tiempo, de forma que cubriría a la muestra en series de tiempo, quedando la imagen dividida en muchos elementos fotográficos los cuales serían captados por el sistema fotográfico instalado en el instrumento e integrados en una sola imagen que nos informa sobre la apariencia cúbica de material en estudio. (Jaime & Magdalena)

2.2.2. Microscopio de Fuerza Atómica (AFM)

Desde su invención el microscopio de fuerza atómica (AFM) se ha convertido en una herramienta básica en el estudio de la materia a micro y nano escala. A diferencia de otras técnicas de obtención de imágenes, no utiliza ondas electromagnéticas ni haces de partículas, ni está restringida su aplicación al estudio de muestras conductivas. Se puede utilizar en condiciones ambientales en aire o líquidos y también en vacío. Su principio de operación es sorprendentemente sencillo, donde básicamente se estudia la deflexión de una sonda (constituida por una punta finísima adjunta a una micro palanca) mientras ésta interactúa con la superficie de la muestra. Como consecuencia de esa interacción, una imagen tridimensional de la topografía de la muestra o de las fuerzas entre la sonda y la superficie puede ser generada. (López & Solares, 2014)

Métodos de Medición

El AFM puede funcionar en distintos esquemas o arreglos experimentales. Los métodos de funcionamiento del AFM se dividen básicamente en dos grupos: modos de contacto continuo y modos dinámicos. Los modos de contacto continuo fueron los más utilizados en los primeros del AFM y su utilización apenas insinuaba la resolución nanométrica de la que el instrumento era capaz. Sin embargo, pocos años después fue propuesta la idea de tomar imágenes haciendo vibrar la sonda con un movimiento oscilatorio. Desde entonces han surgido una variada cantidad de métodos, ofreciendo cada uno sus propias ventajas y limitaciones. El método dinámico de más rutinario uso es sin duda el método de contacto intermitente o modulación de amplitud (AM-AFM). (López & Solares, 2014).

Método de Sader para la constante del resorte y sensibilidad de la punta

La capacidad de determinar experimentalmente las constantes de resorte de los brazos telescópicos AFM de microscopía de fuerza atómica es de fundamental importancia en muchas aplicaciones del AFM. Hasta la fecha se han ideado muchos métodos para este propósito. Estos incluyen métodos que controlan la deflexión estática de los voladizos y los que utilizan las propiedades de desviación dinámica de los voladizos. Recientemente, Sader propuso un método mediante el cual la constante de resorte de un voladizo AFM se determina a partir de su frecuencia de resonancia descargada. (John , James , & Paul). También se requiere la masa del voladizo y esto se obtiene típicamente a partir de las dimensiones de densidad, grosor y vista en planta del voladizo. En particular, para el caso de un voladizo rectangular, la constante de muelle está dada por (John , James , & Paul)

$$k = M_e \rho_c b h L \omega_{vac}^2 \quad (3)$$

Donde

ω_{vac} =es la frecuencia de resonancia radial fundamental del voladizo en vacío,

h =espesor del voladizo

b =anchura del voladizo

L =longitud del voladizo

ρ_c =densidad del voladizo

M_e = masa efectiva normalizada que toma el valor 0.2427 para $L/b > 5$

Modelo de Contacto de Hertz

En un modo de contacto, la punta sigue una trayectoria correspondiente a una fuerza de muestreo de punta constante y usualmente repulsiva, utilizando un bucle de retroalimentación, la situación es, por tanto, similar a un

instrumento de aguja o un gramófono, diferenciándose sólo por fuerzas de magnitud (Petr, 2013)

En la técnica de detección de fuerza de la palanca óptica, la sensibilidad de la fuerza depende de la rigidez en voladizo (Petr, 2013)

Suponiendo que conocemos la constante A que relaciona la deflexión del voladizo d con su desplazamiento z , podemos calcular la fuerza usando la rigidez del voladizo k como. (Petr, 2013)

$$F = kz = kAd \quad (4)$$

La deflexión en voladizo d y el factor para su conversión en desplazamiento A se pueden obtener a partir del detector de cuadrante de Señal, usualmente en un procedimiento aplicando un desplazamiento conocido al extremo en voladizo, que se fija al escáner mientras la sonda está en contacto con una superficie de muestra muy dura y controlando por señal resultante. (Petr, 2013)

En investigaciones como Elastic Modulus of Single Cellulose Microfibrils from Tunicate Measured by Atomic Force Microscopy publicado por Iwamoto S. et al. en el 2009 utilizan el microscopio AFM para determinar el módulo de elasticidad de microfibras de celulosa utilizando el método de contacto, en este trabajo se utiliza una rejilla muy pequeña para depositar las fibras y poder realizar la medición.

2.2.3. Módulo de elasticidad usando el AFM

El Módulo de Elasticidad o Módulo de Young que se define como: la pendiente de la parte lineal de la curva de esfuerzo-deformación unitaria, es una medida de la rigidez de un material (Budynas & Nisbett, 2008), se determina a partir de los datos proporcionados por el microscopio AFM, utilizando el modelo de contacto de Hertz se obtiene una curva de fuerza vs

desplazamiento, y haciendo uso del software AR 15.06109 propio del equipo se obtiene un valor aproximado del módulo de elasticidad, este proceso se realiza en diferentes puntos dentro de un área determinada obteniendo varios datos para hacer un análisis estadísticos y determinar su valor promedio y desviación estándar.

En la Figura 13 se puede observar el ejemplo de una curva esfuerzo vs deformación unitarias, donde la pendiente de la parte lineal de la curva es el Módulo de elasticidad.

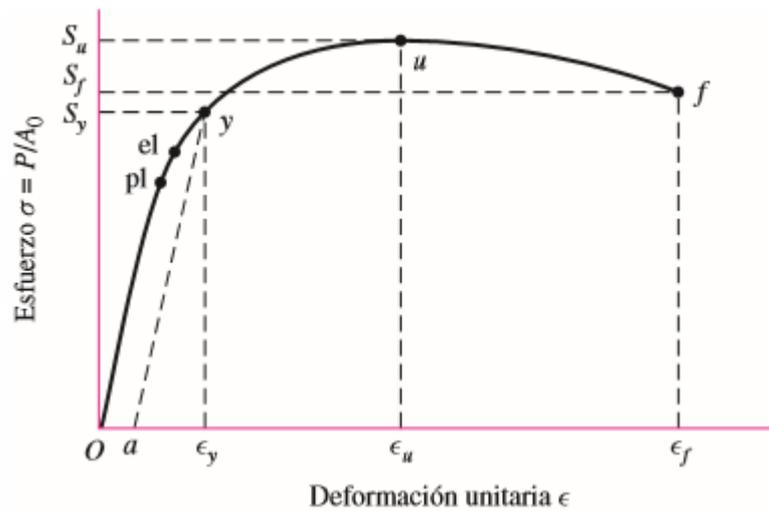


Figura 13 Diagrama de esfuerzo-deformación unitaria que se obtiene de la prueba de tensión estándar

Fuente: (Budynas & Nisbett, 2008)

CAPÍTULO III

3. Experimentación

3.1. Metodología y Protocolo de Trabajo

Después de una exhaustiva revisión de la bibliografía y de trabajos previos relacionados con el tema, se toma como punto partida los resultados de algunas investigaciones para determinar una metodología de trabajo y obtener fibras de PVP, así como el correcto manejo de los datos y poder relacionar los resultados con los solventes utilizados.

Todos los procesos fueron realizados en los laboratorios de Microscopía y Reología de la Universidad de las Fuerzas Armadas.

En la Tabla 2 se muestra las etapas del proceso de obtención de fibras de PVP con diferentes solventes.

Tabla 2

Metodología de Trabajo

Etapas del Proceso	Descripción
Etapa 1	Preparación de soluciones
Etapa 2	Proceso de Electrospinning
Etapa 3	Análisis en Microscopio de barrido
Etapa 4	Análisis Morfológico
Etapa 5	Medición de Propiedades mecánicas

A continuación, se detalla el protocolo a seguir para obtener fibras de PVP con diferentes solventes

3.1.1. Etapa 1 (Preparación de soluciones)

Tomando como punto de partida diferentes investigaciones relacionadas al tema, se procedió a hacer soluciones con diferentes

porcentajes en peso de PVP, tomando en cuenta que este trabajo se usaron dos tipos de solventes (Etanol y DMF) se realizaron soluciones que van desde 4% al 10% w/w para el etanol, 8% al 14% w/w y una mezcla de los dos solventes al 8% w/w, a continuación, se detalla el proceso para realizar las soluciones.

- a) El primer paso es hacer el cálculo de que masa de solvente y que masa de PVP se necesita para obtener una solución con determinado porcentaje en peso.
- b) Haciendo uso de una balanza electrónica y un recipiente de vidrio, se pone la masa de PVP calculada, después con una pipeta se procede a poner la masa de solvente hasta llegar al valor calculado, cabe señalar que es mejor poner primero el PVP en polvo y luego el solvente líquido.
- c) Con una centrifugadora y un agitador magnético dejamos a la solución por un tiempo de 4 horas aproximadamente hasta que todo el PVP se disuelva en el solvente.



Figura 14 Preparación de una solución con ayuda de la centrifugadora y agitador magnético.

3.1.2. Etapa 2 (Proceso de Electrospinning)

En esta etapa se procede a probar las diferentes soluciones con la intención de obtener fibras con las mejores propiedades morfológicas, como se revisó en el capítulo II, el proceso se ve afectado por algunas variables, en este trabajo se estudiaron el caudal, voltaje, distancia punta colector y la concentración, las condiciones ambientales fueron normales en un laboratorio, a continuación, se detalla el proceso para el electrospinning.

- a) Primer paso, preparar la máquina de electrospinning, que consta de una bomba de inyección, una cámara para la visualización, un soporte para la cámara, jeringa, mangueras, un tubo capilar, una fuente de alta tensión, un plato colector y la computadora para la visualización, debemos asegurarnos de que todos los componentes estén limpios y en condiciones de operación.
- b) Limpiar el lugar de trabajo, se empieza enfocando el capilar con la cámara de tal forma que se pueda visualizar el proceso, esto se hace con la ayuda de la computadora y moviendo la cámara hasta tener una buena imagen del tubo capilar.
- c) Se prepara el colector poniendo papel aluminio para que en este se depositen las fibras, es importante señalar que el papel aluminio no debe tener arrugas ni suciedades que afecten el proceso, debemos realizar todo el procedimiento con mandil y guantes quirúrgicos
- d) Se pone la solución en la jeringa, si la solución es demasiado viscosa es recomendable poner la solución directamente en la jeringa sacando el embolo.
- e) Se coloca la jeringa en la bomba de inyección y configuramos el valor que se considere, en este trabajo se basó en resultados de investigaciones previas donde el rango de caudal era de 0,5 a 7 ml/h, se deja que la bomba actúe y se espera que empiece a salir la solución por el capilar observando por la cámara.
- f) Una vez que la solución salga por el capilar de una manera estable se procede a conectar la fuente de alta tensión el terminal negativo en la

punta del capilar y el positivo en el plato colector con la finalidad que la solución cargada sea atraída al papel aluminio y en el trayecto se forme las fibras.

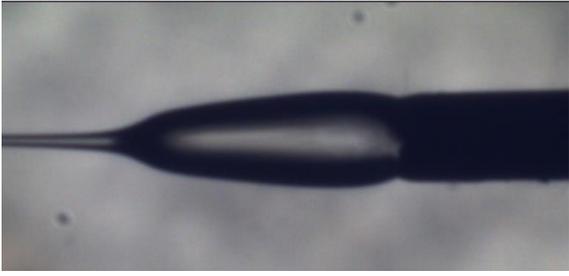
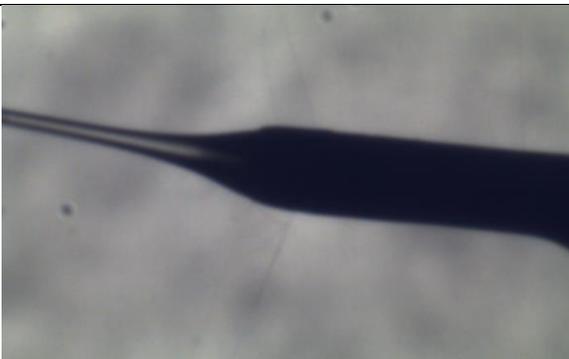
- g) Se configura la fuente de tensión hasta observar que en la pantalla se forme el cono de Taylor y este sea estable.
- h) La distancia entre el capilar y el colector también se puede variar hasta observar que el cono de Taylor se mantenga constante, para este trabajo se tomó como punto de partida valores predeterminados que para este proceso van desde los 15 cm a los 20 cm.
- i) Una vez que el proceso comience se debe estar atentos a variaciones extrañas y cambiar cualquiera de los parámetros con la finalidad de que el cono de Taylor sea estable
- j) Se deja que el proceso continúe hasta que las fibras se almacenen en el papel aluminio, en todos los casos se formó una membrana con forma de telaraña.
- k) Una vez que el proceso termine doblar el papel aluminio y ponerle su respectiva denominación para llevar a muestra al laboratorio de microscopía.

En la Tabla 3 se muestra imágenes del cono de Taylor en el proceso de electrospinning, para diferentes circunstancias, con la finalidad de dar una guía, hay que aclarar que este proceso es sensible a cambios por agentes ambientales como temperatura y humedad, la pantalla muestra el capilar donde se forma el cono, si se observa que el cono no es estable se debe variar alguno de los parámetros como tensión, caudal o distancia punta colector para estabilizar el proceso en este trabajo se variaba la tensión hasta que el cono vuelva a tener la forma deseada.

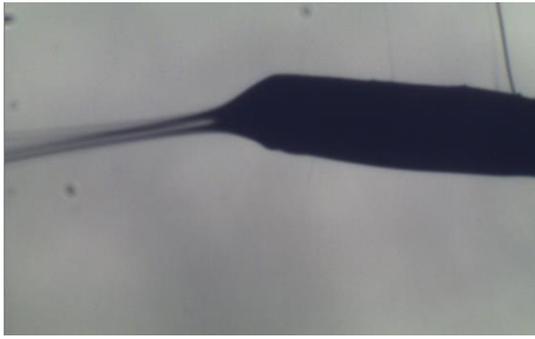
También se debe aclarar que a pesar que el cono de Taylor sea estable y constante no garantiza que se genere fibras aceptables, en el laboratorio se determinó que en muchos casos donde aparentemente el proceso era el adecuado, no se llegaron a obtener muestras para llevarlas a un análisis en el microscopio de barrido, esto se atribuye a que la concentración de polímero no es la adecuada.

Tabla 3

Imágenes del cono de Taylor en el proceso de Electrospinning

Cono de Taylor	Descripción
	<p>El cono es estable, los parámetros son los adecuados para el proceso</p>
	<p>Se forma una gota en el capilar, esto se debe a un caudal muy alto o la tensión aplicada no es la indicada</p>
	<p>Se forma una gota larga en el capilar esto se debe al caudal muy alto y la tensión muy baja, la tensión superficial es muy alta</p>
	<p>El cono de Taylor, no sale en una dirección paralela al capilar, esto puede ser por la tensión o por cargas electrostáticas en el proceso</p>

CONTINÚA 



El cono no es estable, esto se debe a la tensión o a cargas electrostáticas en el proceso.

3.1.3. Etapa 3 (Análisis en Microscopio de barrido)

En el laboratorio de Microscopía de la Universidad de las Fuerzas Armadas se procedió al análisis de las muestras con el Microscopio de barrido electrónico (SEM), las muestras fueron analizadas, se obtuvo imágenes y se pudo medir los diámetros de cada fibra de diferentes soluciones en la Figura 15 se puede observar una de las imágenes que se obtuvieron y su respectiva medida del diámetro

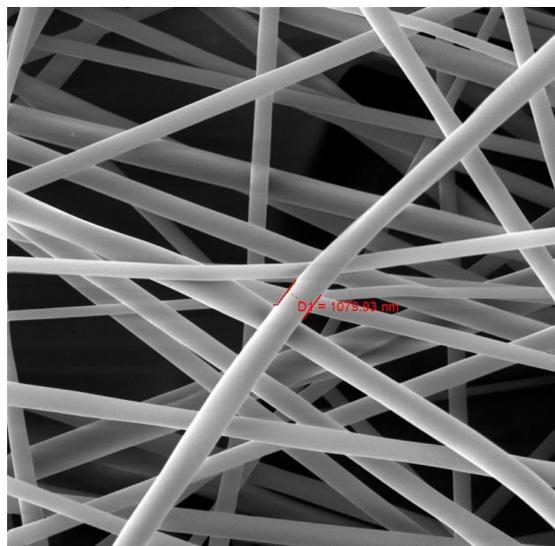


Figura 15 Imagen de fibras de PVP en un Microscopio de barrido SEM

El proceso para el análisis fue el siguiente:

- a) Las muestras fueron llevadas al laboratorio de Microscopía en el papel aluminio con su respectiva denominación

- b) En el laboratorio con ayuda de su personal y usando siempre guantes se procedió a colocar las muestras en un sustrato metálico con ayuda de una cinta doble.
- c) Posteriormente se bañó a las muestras en oro para poder observar las fibras en el microscopio.
- d) Las muestras ingresaron al microscopio de barrido electrónico (SEM) y se procedió a observar las fibras y medir sus diámetros
- e) De parte del personal de Microscopía se entregaron las imágenes de las fibras de tres puntos diferentes y tres resoluciones distintas.

3.1.4. Etapa 4 (Análisis Morfológico)

Con las imágenes de las fibras de cada solución, se procedió a escoger las que tenían las mejores propiedades morfológicas, el criterio de selección fue que no existan collares o beads y que la fibra sea completamente homogénea, con la ayuda del microscopio de barrido electrónico (SEM) se midieron los diámetros de las fibras, para hacer una comparación entre cada solución.

En la Figura 16 podemos observar el criterio de selección que se aplicó para elegir las fibras con mejores propiedades morfológicas.

Aquellas que tenían desperfectos o diámetros no homogéneas eran descartadas.

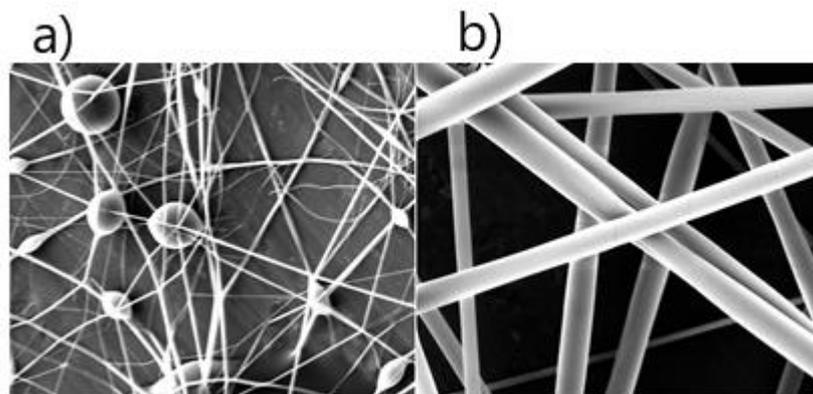


Figura 16 Fibras de PVP, a) fibras con collares b) fibras homogéneas

3.1.5. Etapa 5 (Medición de Propiedades mecánicas)

Para esta etapa, se procede a medir las propiedades mecánicas, específicamente el módulo de elasticidad o módulo de Young de las fibras con mejores propiedades morfológicas, este procedimiento se lo realiza con la ayuda del microscopio de fuerza atómica AFM.

El procedimiento fue el siguiente:

- a) Las muestras fueron enviadas selladas en fundas herméticas con cierre, y su respectiva denominación.
- b) Para proceder a la medición, las muestras fueron cortadas en trozos de aproximadamente 1 cm^2 y fueron pegadas al portamuestras del AFM usando cinta doble.
- c) Para las mediciones se utilizó una punta de silicio recubierta de Ti/Ir con el fin de disminuir las interacciones electrostáticas, de aproximadamente 20 nm de radio. La constante de resorte y la sensibilidad de la punta fue calculada usando el método de Sader. Cabe resaltar que todos los ensayos fueron realizados usando la misma punta y la misma calibración para garantizar la confiabilidad de los datos
- d) Posterior a la calibración se realizó la aproximación a la muestra y se efectuaron las curvas de fuerza respectivas, usando el modelo de contacto de Hertz en escaneos de $10 \text{ um} \times 10 \text{ um}$, y resolución de 8×8 pixeles. Una vez obtenidos, los datos fueron procesados usando el software AR 15.06.109, para dar lugar al valor aproximado del módulo de Young.
- e) De parte del personal del Centro de Microscopia Avanzada de la Universidad de Antioquia, se entregaron todos los datos, procedimientos, equipos utilizados, curvas de fuerza, mapas de fuerza etc. en un informe detallado.

3.2. Equipos y materiales

3.2.1. Equipos

3.2.1.1. Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

Uno de los objetivos principales del presente trabajo es el análisis morfológico de las fibras de PVP, tomando en cuenta que la fibra tiene diámetros en el orden de los nanómetros y micrómetros, es necesarios usar el Microscopio electrónico de barrido SEM.

El Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) se encuentra ubicado en el laboratorio de Microscopía en el Centro de Nanociencia y Nanotecnología (CENCINAT) de la Universidad de las Fuerzas Armadas-ESPE, en la Figura 17 se puede observar el microscopio con las siguientes características.

- Marca: TESCAN MIRA 3XM
- Resolución en modo alto vacío (SE): 1.2 nm a 30 kV; 2.5 nm a 3 kV
- Modo de BD (opcional): 1.5 nm a 3 kV
- Detector de STEM (opcional): 0.8 nm a 30 kV
- Resolución en modo de bajo vacío: 1.5 nm a 30 kV; 3nm a 3Kv.
- Resolución de la EEB: 2nm a 30 Kv.
- Aumento: a 30 kV, 1x -1000000x



Figura 17 Microscopio Electrónico de Barrido

Fuente: TESCAN (2017)

3.2.1.2. Microscopio de Fuerza Atómica (AFM)

Para determinar las propiedades mecánicas de las fibras de PVP, es necesario usar el Microscopio de Fuerza Atómica (AFM), ya que este instrumento se hizo para mediciones a escalas muy pequeñas como nanómetros o micrómetros, como se revisó en el capítulo II, el principio de funcionamiento de este microscopio es usar una punta muy fina en voladizo, para que haga contacto con la muestra y poder determinar las fuerzas que intervienen, posteriormente con la ayuda del software AR 15.06.109 se da el valor aproximado del módulo de Young.

El Microscopio de Fuerza Atómica se encuentra ubicado en el Centro de Microscopía Avanzada AFM, de la Universidad de Antioquia- Colombia, en la Figura 18 podemos observar el microscopio AFM y algunas de sus características.

- Marca: AFM MFP-3D Infinity Asylum Research
- Mide corriente DC de 1 pA a $> 10 \text{ }\mu\text{A}$
- Un mayor ancho de banda de deflexión permite técnicas bimodales en resonancias de hasta 7 MHz
- Modo de asignación de distancia de fuerza que opera a una velocidad de píxeles de hasta 300 Hz
- Punta de silicio recubierta de Ti/Ir



Figura 18 Microscopio de Fuerza Atómica

Fuente: Asylum Research (2017)

3.2.1.3. Equipo de Electrospinning

Para obtener las fibras de PVP, es necesario llevar las soluciones a un proceso de electrospinning, donde la solución pasa por un capilar y con una fuente de tensión se induce cargas en el polímero el cual es alimentado por una bomba inyectora, cuando los parámetros son los adecuados se forma un chorro que se deposita como fibras en una placa colectora, en el capítulo II se detalla todo el proceso y sus parámetros.

El equipo de electrospinning se encuentra ubicado en el laboratorio de Reología de las Universidad de las Fuerzas Armadas-ESPE en la Figura 19 se puede observar el equipo.



Figura 19 Equipo de Electrospinning

El equipo consta de las siguientes partes:

- **Fuente de Alta tensión**
- **Bomba de jeringa**
- **Cámara de visualización**
- **Plato colector**
- **Lámpara**
- **Tubo capilar**
- **Pantalla de visualización**

3.2.2. Materiales

3.2.2.1. Polivilpirrolidona (PVP)

Para este trabajo se utilizó Polivilpirrolidona PVP K90, el cual fue suministrado por la empresa China XI'AN LUKEE BIO-TECH CO. LTD, a continuación, se detalla sus principales características y propiedades.

La Polivinilpirrolidona (PVP), también llamado comúnmente polividona o povidona, es un polímero soluble en agua que se obtiene a partir del monómero N-vinilpirrolidona. El PVP fue sintetizado por primera vez por el Prof. Walter Reppe y se presentó una patente en 1939 para uno de los derivados más interesantes de la química del acetileno (Mariano, 2012) aprobado por la FDA y uno de los más usados para aplicaciones en biomateriales

El PVP es soluble en agua y otros solventes polares. Una vez seco es un polvo escamoso claro, que absorbe fácilmente hasta un 40% de su peso en agua de la atmósfera. En solución, que tiene excelentes propiedades humectantes y forma fácilmente películas. Esto hace que sea bueno como un revestimiento o un aditivo para pinturas. El PVP constituye un polímero ramificado. Nombre propuesto por IUPAC es poli [1 - (2-oxo-1-pirrolidinil) etileno]. (Mariano, 2012)

Estructura molecular

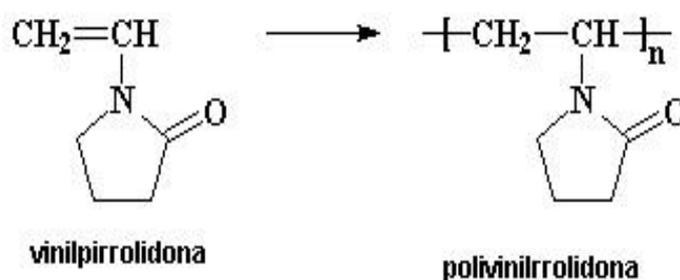


Figura 20 Estructura molecular del PVP

Fuente: (Mariano, 2012)

La polivinilpirrolidona es un polímero vinílico se obtiene a partir del monómero vinilpirrolidona, por polimerización vinílica por radicales libres.

Propiedades

- Aspecto: Polvo Blanco o Amarillento-Blanco
- Valor K: 81-98
- Humedad $\leq 5,0\%$
- Valor de PH (5% en agua) 3-7
- Formula: $(C_6H_9NO)_n$
- Peso molecular: 9000000-1300000
- Denominación IUPAC: Polyvynilpyrrolidone

Usos

Se emplea principalmente como componente de formas de dosificación sólidas, para recubrimiento en procesos de granulación húmeda y en comprimidos. También se usa como agente dispersante, suspensor, y estabilizante de soluciones y suspensiones. Sus soluciones se pueden usar también como lágrimas artificiales y preparados para el cuidado de las lentes de contacto. (Alicante, 1998)

El PVP también se utiliza en muchas aplicaciones técnicas:

- Como adhesivo en barra de pegamento y adhesivos (adhesivos de fusión en caliente)
- Como un aditivo especial para baterías eléctricas, cerámicas, fibra de vidrio, tintas, papel para impresión (impresoras de inyección de tinta) y en el proceso pulido químico-mecánico.
- Como emulsionante y disgregante para la polimerización en solución
- Como un fotoprotector de tubos de rayos catódicos (TRC) (televisores de tubo)
- Se utiliza en solución acuosa para enfriamiento de metal
- Para la producción de membranas, como filtros de diálisis y de purificación de agua

- Como agente aglutinante y la formación de complejos en aplicaciones agrícolas, como protección de cultivo, tratamiento y revestimiento de las semillas.
- Como un agente espesante en geles de blanqueamiento dental.
- Como una ayuda para aumentar la solubilidad de los fármacos en formas de dosificación líquidas y semilíquidas (jarabes, capsulas de gelatina blanda) y como un inhibidor de la recristalización.

3.2.2.2. Dimetilformamida (DMF)

Uno de los solventes utilizados en este trabajo es el dimetilformamida también conocido como N, N-dimetilformamida o DMF a continuación, se detallan sus características y propiedades.

La dimetilformamida es un líquido casi incoloro (ligeramente amarillento), de elevado punto de ebullición, inflamable, fuertemente polar e higroscópico, con un leve olor a amoníaco. Es miscible en agua y en varios disolventes orgánicos, perteneciente a la familia de las amidas, que se utiliza a nivel mundial en la industria química como solvente. (DLEP, 2011)

Estructura molecular

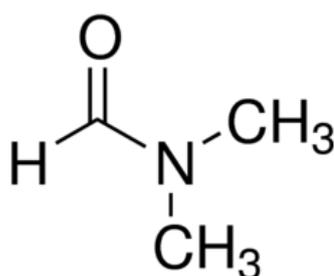


Figura 21 Estructura molecular del DMF

Fuente: (Sigma-Aldrich s.f)

El DMF se puede producir ya sea mediante reacciones catalizadas por dimetilamina y monóxido de carbono o una reacción entre dimetilamina y formiato de metilo (Weissermel & Arpe, 2010)

Propiedades

- Peso molecular: 73,09
- Fórmula molecular: $(C_3H_7NO)_n$
- Factor de conversión (20°C, 101kPa): 3,038 mg/m³ = 1 ppm
- Solubilidad: soluble en agua y en varios disolventes orgánicos
- Punto de fusión: -60,5°C
- Punto de ebullición: 153°C
- Presión de vapor: 0,35 kPa a 20°C
- Densidad: 3 veces la del aire
- Límite de explosividad: inferior 2,2% y superior 16% (concentración en aire)
- Viscosidad: 0,9 mPa.s (20°C)

Usos

La dimetilformamida (DMF) es ampliamente utilizada como disolvente de síntesis, en la fabricación de resinas y polímeros (poliacrilonitrilos y poliuretanos), y como disolvente de refuerzo en varias aplicaciones como recubrimientos protectores, adhesivos y tintas de impresión. Es un componente de muchos decapantes de pinturas. También se utiliza en la industria electrónica, en absorciones selectivas de gases, como disolvente de extracción y en la formulación de plaguicidas. (DLEP, 2011)

Información Toxicológica

La dimetilformamida se absorbe fácilmente por vía oral, dérmica e inhalatoria (OMS, 2001). La vía dérmica puede contribuir de forma significativa a la dosis absorbida, por lo que es adecuado complementar el control ambiental con el control biológico en la evaluación del riesgo por exposición laboral. Después de su absorción, la dimetilformamida se distribuye uniformemente en el organismo, metabolizándose principalmente a través del hígado. (DLEP, 2011)

3.2.2.3. Etanol

El otro solvente que se utilizó en este trabajo es el etanol, que fue adquirido por la casa del químico en la ciudad de Quito, a continuación, se detalla sus características y propiedades.

El alcohol etílico o etanol es un alcohol que se presenta como un líquido incoloro e inflamable con un punto de ebullición de 78 °C. Al mezclarse con agua en cualquier proporción, da una mezcla azeotrópica. Es un líquido transparente e incoloro, con sabor a quemado y un olor agradable característico. Es conocido sencillamente con el nombre de alcohol. (Ecured., 2017)

Forma estructural

Su fórmula química es $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, principal producto de las bebidas alcohólicas. (Ecured., 2017)

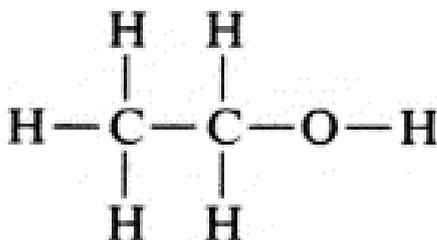


Figura 22 Forma estructural del Etanol

Fuente: (Sigma-Aldrich s,f)

Propiedades

- Viscosidad: 1,074 mPa.s (20°C)
- Solubilidad en agua: miscible
- Fórmula molecular: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$
- Estado de agregación Líquido
- Apariencia: incoloro
- Densidad 810 kg/m³; (0,810 g/cm³)
- Masa molecular 46,07 uma

- Punto de fusión 158,9 K (-114,1 °C)
- Punto de ebullición 351,6 K (78,6 °C)
- Temperatura crítica 514 K (241 °C)
- Presión crítica 63 atm.

Usos

El etanol, o alcohol directamente, es el solvente por excelencia de uso en laboratorio. Mezclado con detergente es un excelente agente desengrasante. Es disolvente de los colorantes de microscopía, y de muchos indicadores de pH. (Nunez, 2008)

El etanol es el alcohol que se encuentra en bebidas como la cerveza, la sidra, el vino y el brandy. Debido a su bajo punto de congelación, ha sido empleado como fluido en termómetros para medir temperaturas inferiores al punto de congelación del mercurio, -40 °C, y como anticongelante en radiadores de automóviles. (Ecured., 2017)

Debido a que puede disolverse fácilmente en el agua y otros compuestos orgánicos, el etanol también es un ingrediente de una variedad de productos, desde productos de cuidado personal y belleza, hasta pinturas, barnices y combustibles.

Capítulo IV

4. Análisis de Resultados

La caracterización de polímeros, específicamente de fibras, es de gran importancia en el desarrollo de nuevos materiales para aplicaciones tecnológicas e industriales, en el presente trabajo se hace una caracterización morfológica y de propiedades mecánicas con el fin de aportar en el avance de este amplio campo.

En este capítulo se revisará los resultados obtenidos después de todas las pruebas que se hicieron, se empieza con un análisis morfológico de las fibras, para cada solución estudiada, con sus respectivos valores de parámetros como porcentaje de PVP, tipo de solvente, caudal, distancia, voltaje, y una medición de sus respectivos diámetros, con estos datos se eligió las mejores fibras para hacer las pruebas mecánicas y obtener su módulo de elasticidad o módulo de Young, se detalla los valores obtenidos en las pruebas y finalmente se hace un análisis de la influencia de los parámetros en la morfología y propiedades mecánicas de las fibras.

4.1. Soluciones

Se realizaron diferentes tipos de soluciones, con diferentes concentraciones de PVP y con cada uno de los dos solventes Etanol y DMF, también se realizó soluciones con una mezcla entre los solventes Etanol/DMF 70/30 porcentaje en peso y PVP, que se detallan a continuación.

4.1.1. Soluciones de PVP y etanol

Usando como solvente el etanol se tiene soluciones que van del 4% w/w al 10% w/w de PVP, que se detalla en la Tabla 4, cabe señalar que para porcentajes mayores o menores a estos no se pudo obtener fibras con buenos resultados.

Tabla 4*Porcentajes de concentración de PVP en el solvente etanol*

Etanol	
Muestra	Porcentaje de PVP % w/w
1	4
2	4
3	6
4	6
5	8
6	10

4.1.2. Soluciones de PVP y DMF

Usando como solvente DMF se tiene soluciones que van del 8% w/w al 14% w/w de PVP, que se detalla en la Tabla 5, se debe tomar en cuenta que para porcentajes mayores o menores no se obtuvieron fibras con buenos resultados.

Tabla 5*Porcentajes de concentración de PVP en el solvente DMF*

DMF	
Muestra	Porcentaje de PVP % w/w
7	8
8	10
9	12
10	12
11	14
12	14

4.1.3. Soluciones de PVP y una mezcla de Etanol y DMF

Usando como solvente una mezcla de etanol y DMF con 70/30 de porcentaje en peso respectivamente se tiene soluciones de 8% w/w de PVP, que se detalla en la Tabla 6, se aclara que para porcentajes mayores o menores a este no se pudo obtener fibras.

Tabla 6

Porcentajes de concentración de PVP en el solvente etanol y DMF 70/30

Etanol y DMF 70/30	
Muestra	Porcentaje de PVP % w/w
13	8
14	8

4.2. Valores de los Variables (voltaje, caudal, distancia, concentración)

En el laboratorio de Reología de la Universidad se experimentó con varias soluciones, variando los parámetros para obtener muestras aceptables para después analizarlas morfológica y mecánicamente.

Cabe señalar que se tomó como punto de partida investigaciones relacionadas al tema, donde se detalla los valores adecuados a utilizar para obtener buenos resultados además de la experimentación en el laboratorio.

Después del análisis experimental se obtuvieron las muestras que se detalla a continuación, con sus respectivos valores de cada variable.

4.2.1. Valores de las variables con el solvente Etanol

En la Tabla 7 se detalla el valor de todos los parámetros estudiados para soluciones con etanol como solvente.

Tabla 7

Parámetros de las soluciones usando como solvente Etanol.

Etanol					
Muestra	PVP	Caudal	Distancia	Voltaje	Diámetro
	% w/w	ml/h	cm	KV	µm
1	4	5	12	5	0,84
2	4	5	20	5,5	1,16
3	6	5	15	5	1,1
4	6	5	20	5,5	1,48
5	8	4	15	6	1,6
6	10	5	17	6	3,62

Usando como solvente etanol se obtuvieron 6 muestras aceptables, con diferentes concentraciones de PVP, los valores de las variables se obtuvieron de trabajos previos, se concluye que para obtener fibras aceptables de PVP usando como solvente etanol el caudal debe ser entre 4 y 5 ml/h, el valor adecuado para la distancia debe estar entre 15 y 20 cm, para la muestra 1 que tiene una distancia de 12 cm no se obtuvieron buenos resultados además que el voltaje debe ser entre 5 y 6 KV, por otra parte se observa que el diámetro de la fibra aumenta cuando la concentración de polímero aumenta y las concentraciones con las cuales se obtienen fibras aceptables es de 6 a 10 w/w de PVP .

4.2.2. Valores de las variables con el solvente DMF

Usando DMF como solvente se obtuvieron 6 muestras aceptables, con diferentes concentraciones, en la Tabla 8 se detalla el valor de todos los parámetros estudiados para soluciones con DMF como solvente.

Los valores mostrados se obtuvieron de trabajos previos y la experimentación en el laboratorio de Reología de la universidad.

Tabla 8

Parámetros de las soluciones usando como solvente DMF.

DMF					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro µm
7	8	6	10	5,7	0,22
8	10	0,5	15	5,5	0,57
9	12	0,5	15	5,6	0,66
10	12	0,5	20	5,4	1
11	14	0,5	16	5,2	1,22
12	14	0,5	20	6	0,6

Basándonos en los datos se concluye que para obtener fibras de PVP aceptables usando DMF como solvente, el caudal debe ser de 0,5 ml/h, la muestra 7 tiene un valor de 6 ml/h pero para esta muestra no se obtuvieron buenos resultados, los valores adecuados para la distancia esta entre 15 y 20 cm, para la muestra 7 que tiene un valor de 10 cm no se obtuvieron buenos resultados, además que para el voltaje los valores adecuados están entre 5 y 6 KV.

4.2.3. Valores de las variables de PVP y una mezcla de etanol/DMF

Usando como solvente una mezcla de etanol/DMF con una relación 70/30 en peso se obtuvieron dos muestras que se detallan en la **Tabla 9**.

Tabla 9

Parámetros usando como solvente una mezcla de etanol/DMF

DMF					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro µm
13	8	5	20	6	0,73
14	8	5	17	6	1,35

Para esta mezcla se usaron concentraciones de 8% de PVP en peso, obteniendo buenos resultados, los valores de las variables son para el caudal 5 ml/h, para el voltaje 6 KV y se varió la distancia en 3 cm, 20 cm para la muestra 13 y 17 cm para la muestra 14, con lo que se obtuvieron fibras con diferentes diámetros.

4.3. Análisis Morfológico

Después de fabricar las fibras por la técnica de electrospinning, se las llevó al Laboratorio de Microscopía de la Universidad de las Fuerzas Armadas para obtener información con ayuda del Microscopio de Barrido, de parte del personal del laboratorio se entregó imágenes a diferentes resoluciones y de diferentes puntos que se detallan a continuación.

4.3.1. Morfología de Fibras de PVP y Etanol

Muestra 1 Fibras con 4% p/p de PVP

En la Tabla 10 se puede observar el valor de las variables del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 23 se puede observar las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido a diferentes resoluciones.

Tabla 10

Variables y diámetro para fibras con 4% w/w PVP muestra 1

Etanol					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro µm
1	4	5	12	5	0.84

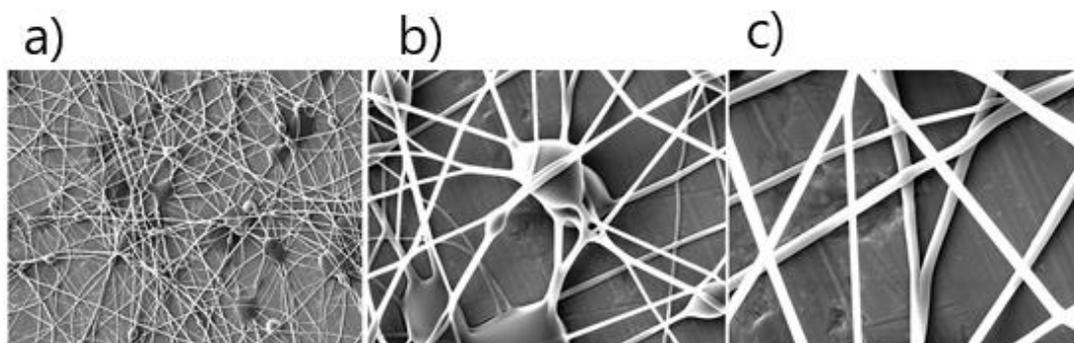


Figura 23 Fibras al 4% w/w PVP muestra1 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 1 que corresponde a la solución de etanol con 4% de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 5 ml/h, Distancia de 12 cm, Voltaje de 5 KV y un diámetro promedio de 0,84 μm , como se puede observar en la Figura 23 las fibras tiene una gran cantidad de “beads” esto se debe a un caudal inadecuado, las fibras no son uniformes y existen fibras bifurcadas, esto se debe a la baja concentración de la solución además que la concentración o acumulación de fibras es baja por lo que sugiere una distancia muy grande

Muestra 2 Fibras con 4% w/w de PVP

En la Tabla 11 se muestra el valor de los parámetros del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 24 se muestra las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido .

Tabla 11

Variables y diámetro para fibras con 4% w/w PVP muestra 2

Etanol					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
2	4	5	20	5.5	1.16

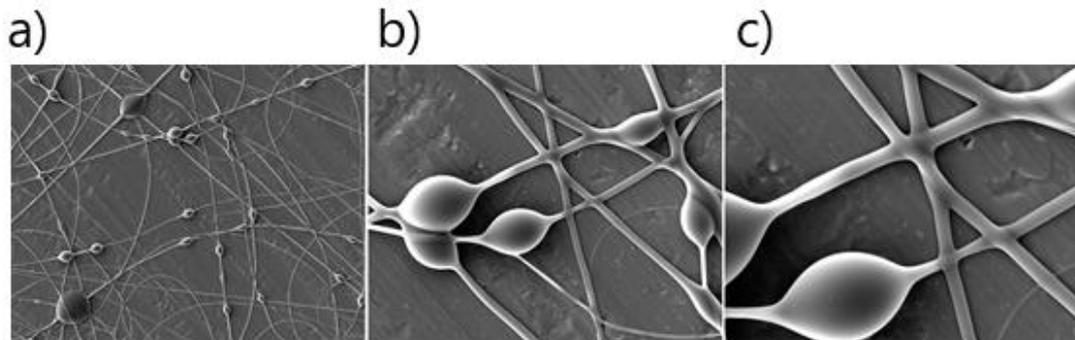


Figura 24 Fibras al 4% w/w PVP muestra 2 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 2 que corresponde a la solución de etanol con 4% de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 5 ml/h, Distancia de 20 cm, Voltaje de 5,5 KV y un diámetro promedio de 1,16 μm , como se puede observar en la Figura 24 las fibras tienen una mayor cantidad de “beads” que la muestra 1 y con mayores tamaños, sugiriendo un caudal no adecuado, las fibras no son uniformes u homogéneas con diferentes diámetros a lo largo de la fibra y existen fibras bifurcadas. Esto se atribuye a la baja concentración de la solución. También se observa que hay una menor concentración o acumulación de fibras que en la muestra 1, esto se debe a una distancia demasiado grande que hace que las fibras no se acumulen en el plato colector.

Muestra 3 Fibras con 6% w/w de PVP

En la Tabla 12 se puede ver el valor de las variables del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 25 se puede ver las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido a diferentes resoluciones y en diferentes puntos de la muestra.

Tabla 12

Variables y diámetro para fibras con 6% w/w PVP muestra 3

Etanol					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
3	6	5	15	5	1,1

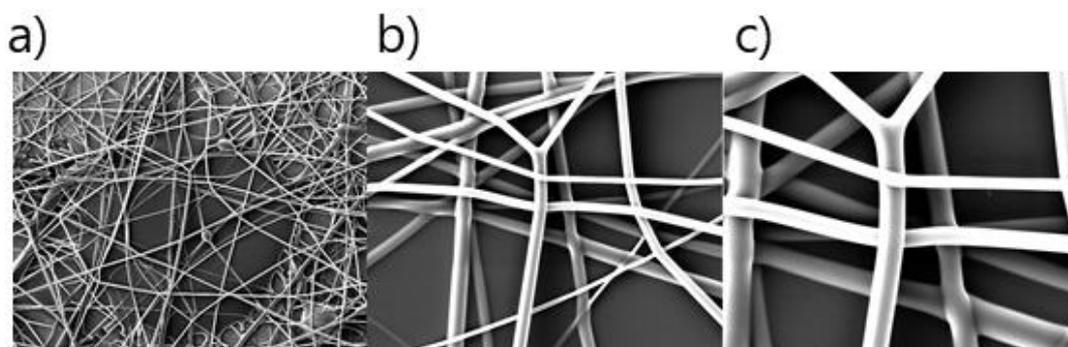


Figura 25 Fibras al 6% w/w PVP muestra 3 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 3 que corresponde a la solución de etanol con 6 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 5 ml/h, Distancia de 15 cm, Voltaje de 5 KV y un diámetro promedio de 0,96 μm , como se puede observar en la Figura 25 las fibras tienen mucho menor cantidad de “beads” que la muestra 2, aunque casi han desaparecido las perlas las fibras no son uniformes y existen fibras bifurcadas esto se debe a un caudal no adecuado o una distancia muy corta además la concentración es aceptable, por otra parte se puede ver que al aumentar la concentración las fibras mejoran su morfología y homogeneidad.

Muestra 4 Fibras con 6% w/w de PVP

En la Tabla 13 se puede observar el valor de los parámetros del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 26 se puede observar las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido.

Tabla 13

Variables y diámetro para fibras con 6% w/w PVP muestra 4

Etanol					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
4	6	5	20	5.5	1.48

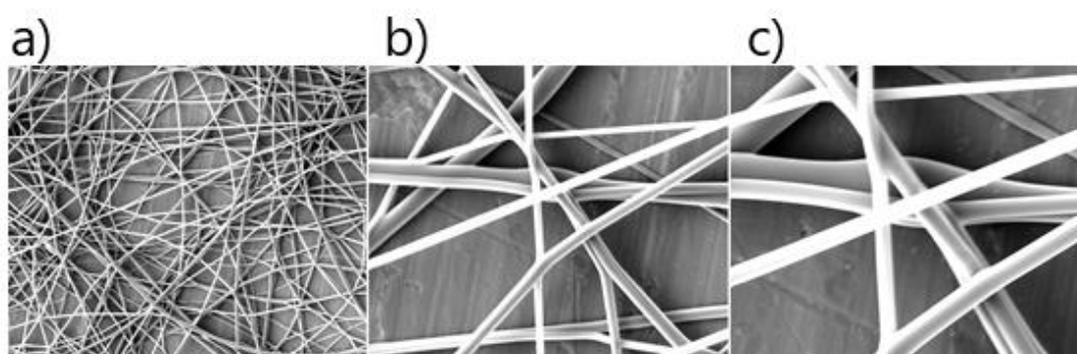


Figura 26 Fibras al 6% w/w PVP muestra 4 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 4 que corresponde a la solución de etanol con 6 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 5 ml/h, Distancia de 20 cm, Voltaje de 5,5 KV y un diámetro promedio de 1,48 μm , como se puede observar en la Figura 26 las fibras no tienen collares “beads” esto sugiere que el caudal es el adecuado aunque las fibras no son uniformes y existen fibras bifurcadas además la concentración o acumulación de fibras es aceptable mayor que la muestra 3 con las imágenes se comprueba que al aumentar la concentración las propiedades morfológicas mejoran.

Muestra 5 Fibras con 8% w/w de PVP

En la Tabla 14 se muestra el valor de los parámetros del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 27 se muestra las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido a diferentes resoluciones.

Tabla 14

Variables y diámetro para fibras con 8% w/w PVP muestra 5

Etanol					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
5	8	4	15	6	1.6

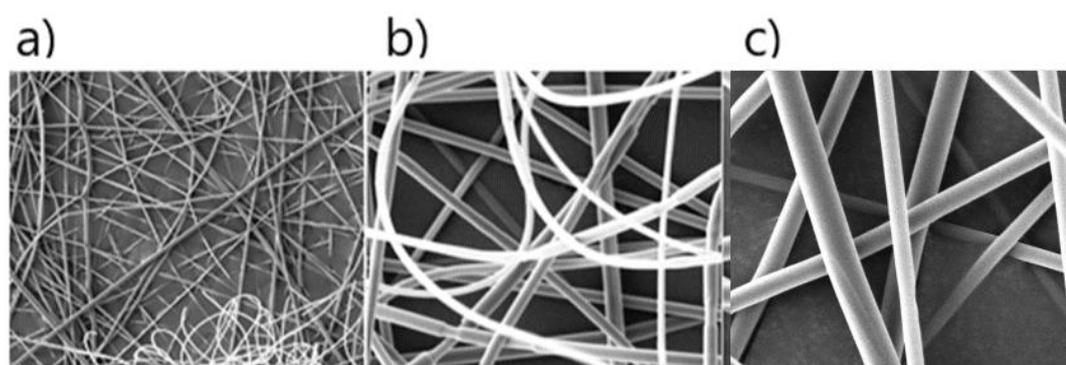


Figura 27 Fibras al 8% w/w PVP muestra 5 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 5 que corresponde a la solución de etanol con 8 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 4 ml/h, Distancia de 15 cm, Voltaje de 6 KV y un diámetro promedio de 1,6 μm , como se puede observar en la Figura 27 las fibras no tienen collares “beads” esto sugiere que el caudal es el adecuado, las fibras son mucho más uniformes que la muestra 4 y no existen fibras bifurcadas por otra parte se ve que la concentración o acumulación es mejor que en las anteriores muestras comprobando que la distancia utilizada es la adecuada y se ratifica que al aumentar la concentración las propiedades morfológicas mejoran y el diámetro aumenta.

Muestra 6 Fibras con 10% w/w de PVP

En la Tabla 15 se puede ver el valor de las variables del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 28 se puede ver las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido a diferentes resoluciones.

Tabla 15

Variables y diámetro para fibras con 10% w/w PVP muestra 6

Etanol					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
6	10	5	17	6	3,62

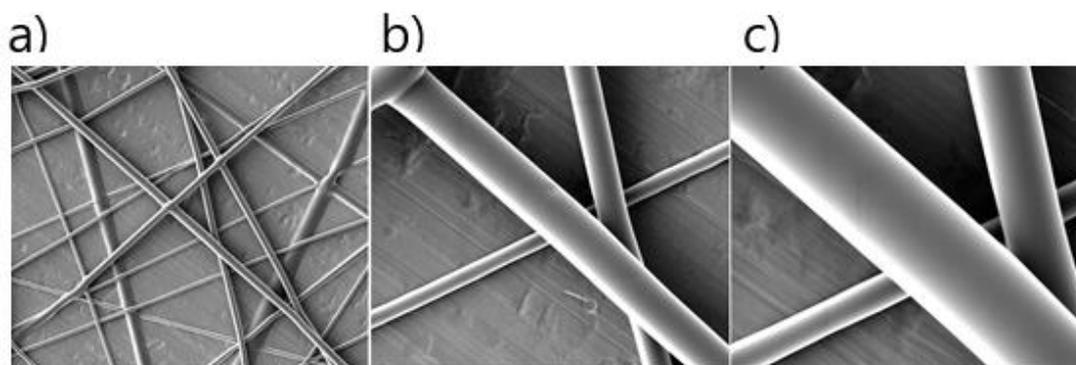


Figura 28 Fibras al 10% w/w PVP muestra 6 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 6 que corresponde a la solución de etanol con 10 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 5 ml/h, Distancia de 17 cm, Voltaje de 6 KV y un diámetro promedio de 3,62 μm , como se puede observar en la Figura 28 las fibras no tienen collares “beads” como en la muestra 5 esto sugiere que el caudal es el indicado, las fibras son muy uniformes y no se puede ver fibras bifurcadas pero la concentración o acumulación de fibras es más bajo en comparación con la muestra 5 por lo que decimos que la distancia es muy grande a pesar de esto se obtuvieron fibras con excelentes propiedades morfológicas

4.3.2. Morfología de Fibras de PVP y DMF

Muestra 7 Fibras con 8% w/w de PVP

En la Tabla 16 se puede observar el valor de las variables del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 29 se puede observar las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido a diferentes resoluciones.

Tabla 16

Variables y diámetro para fibras con 8% w/w PVP muestra 7

DMF					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
7	8	6	10	5.7	0.22

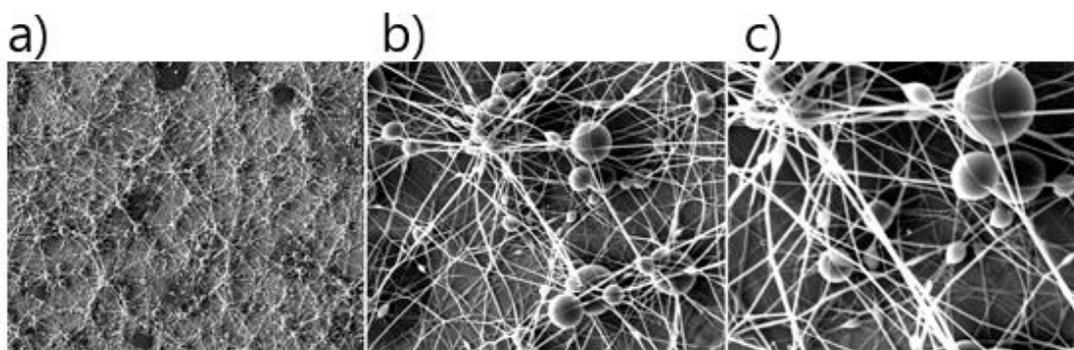


Figura 29 Fibras al 8% w/w PVP muestra 7 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 7 que corresponde a la solución de DMF con 8 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 6 ml/h, Distancia de 10 cm, Voltaje de 5,7 KV y un diámetro promedio de 0,22 μm , como se puede observar en la Figura 29 las fibras una gran cantidad de “beads” con diferentes tamaños esto sugiere que el caudal no es el adecuado

además las fibras no son uniformes y existe una gran cantidad de fibras bifurcadas esto se debe a la baja concentración de PVP.

Muestra 8 Fibras con 10% w/w de PVP

En la Tabla 17 se muestra el valor de las variables del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 30 se muestra las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido.

Tabla 17

Variables y diámetro para fibras con 10% w/w PVP muestra 8

DMF					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
8	10	0.5	15	5.5	0.57

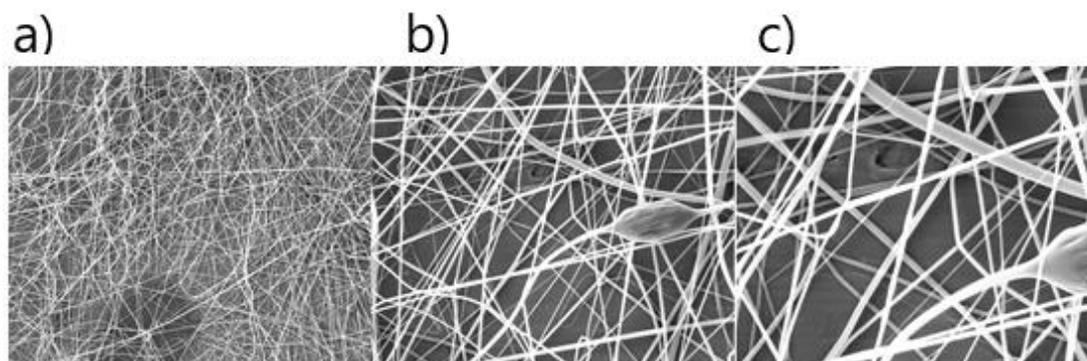


Figura 30 Fibras al 10% w/w PVP muestra 8 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 8 que corresponde a la solución de DMF con 10 % de PVP, tenemos los siguientes valores para los parámetros: Caudal de 0,5 ml/h, Distancia de 15 cm, Voltaje de 5,5 KV y un diámetro promedio de 0,57 μm , como se puede ver en la Figura 30 las fibras tienen menor cantidad de “beads” que la muestra 7 esto sugiere que el caudal es el adecuado pero las fibras no

son uniformes además que no existe fibras bifurcadas y se reitera que las propiedades morfológicas mejoran con el aumento concentración de PVP.

Muestra 9 Fibras con 12% w/w de PVP

En la Tabla 18 se puede ver el valor de las variables del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 31 se puede ver las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido a diferentes resoluciones.

Tabla 18

Variables y diámetro para fibras con 12% w/w PVP muestra 9

DMF					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
9	12	0.5	15	5.6	0.66

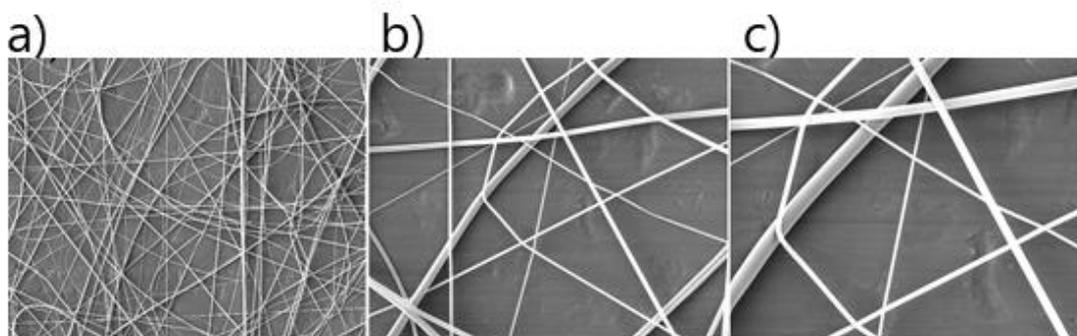


Figura 31 Fibras al 12% w/w PVP muestra 9 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 9 que corresponde a la solución de DMF con 12 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 0,5 ml/h, Distancia de 15 cm, Voltaje de 5,6 KV y un diámetro promedio de 0,66 μm , como se puede observar en la Figura 31 que las fibras no tiene collares “beads” esto sugiere que el caudal es el adecuado, las fibras son uniformes, pero existen diferentes diámetros y la concentración o acumulación de fibras

es mucho más baja que a muestra 8 por lo que sugiere que la distancia no es la adecuada.

Muestra 10 Fibras con 12% w/w de PVP

En la Tabla 19 se puede observar el valor de las variables del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 32 se puede observar las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido a diferentes resoluciones.

Tabla 19

Variables y diámetro para fibras con 12% w/w PVP muestra 10

DMF					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
10	12	0.5	20	5.4	1

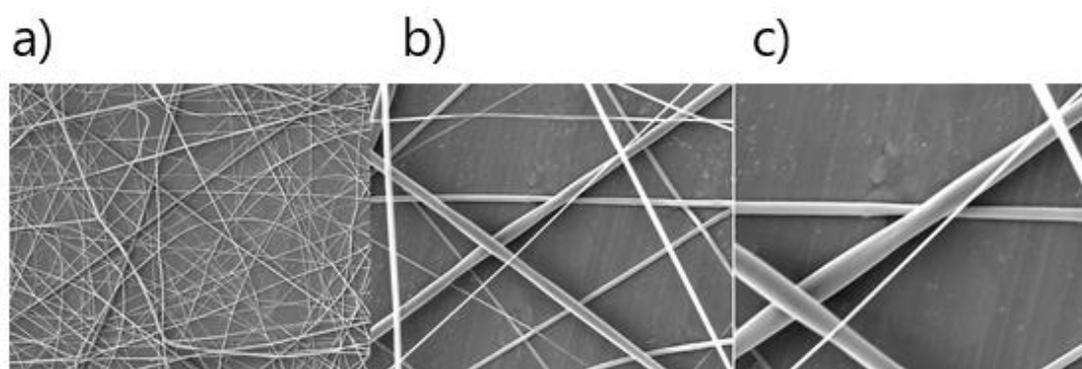


Figura 32 Fibras al 12% w/w PVP muestra 10 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 10 que corresponde a la solución de DMF con 12 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 0,5 ml/h, Distancia de 20 cm, Voltaje de 5,4 KV y un diámetro promedio de 1 μm , como se puede ver en la Figura 32 las fibras no tiene collares “beads” por lo que

sabemos que el caudal es el adecuado las fibras son uniformes y no existen fibras bifurcadas pero se observa que la concentración de fibras es más baja que la muestra 9 esto se debe a que la distancia no es la adecuada y se observa que los diámetros no son uniformes a pesar de que las fibras sean homogéneas.

Muestra 11 Fibras con 14% w/w de PVP

En la Tabla 20 se muestra el valor de las variables del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 33 se muestra las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido a diferentes resoluciones.

Tabla 20

Variables y diámetro para fibras con 14% w/w PVP muestra 11

DMF					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
11	14	0.5	16	5.2	1.22

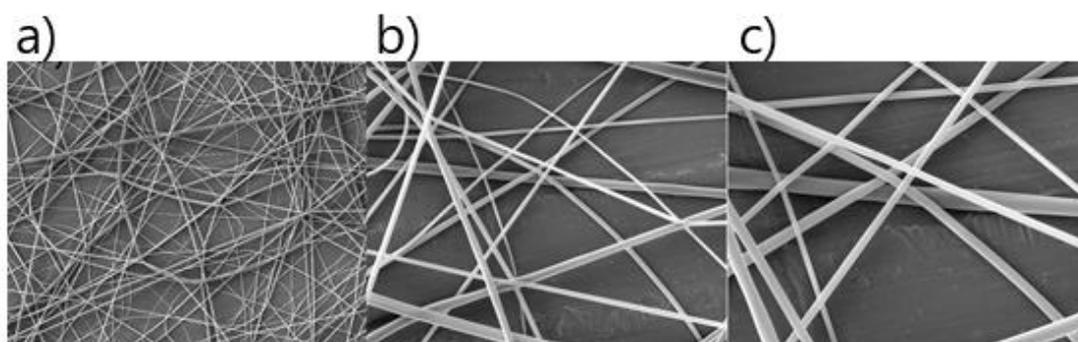


Figura 33 Fibras al 14% w/w PVP muestra 11 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 11 que corresponde a la solución de DMF con 14 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 0,5 ml/h, Distancia de 16 cm, Voltaje de 5,2 KV y un diámetro promedio de 1,22 μm ,

como se muestra en la Figura 33 las fibras no tiene collares “beads” sugiriendo que el caudal es el adecuado además que las fibras son uniformes y no se observa fibras bifurcadas por otra parte también se ve que la concentración o acumulación de fibras es más alta que las demás muestras lo que sugiere que la distancia es la adecuada y se comprueba que el diámetro aumenta con el aumento de la concentración de PVP así como mejoran las propiedades morfológicas .

Muestra 12 Fibras con 14% w/w de PVP

En la Tabla 21 se puede observar el valor de los parámetros del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 34 se puede observar las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido a diferentes resoluciones.

Tabla 21

Variables y diámetro para fibras con 14% w/w PVP muestra 12

DMF					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
12	14	0.5	20	6	0,6

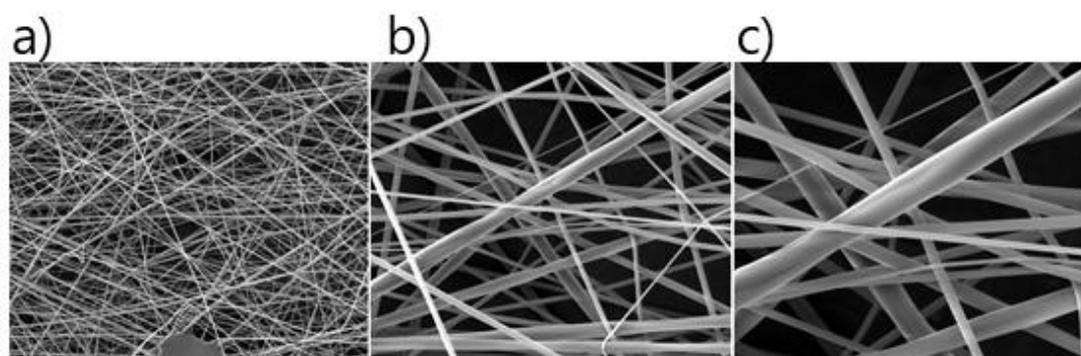


Figura 34 Fibras al 14% w/w PVP muestra 12 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 12 que corresponde a la solución de DMF con 14 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 0,5 ml/h, Distancia de 20 cm, Voltaje de 6 KV y un diámetro promedio de 0,61 μm , como se puede ver en la Figura 34 las fibras no tiene ningún collar “bead” sugiriendo que el caudal es el adecuado además las fibras son muy uniformes y no existen fibras bifurcadas, la acumulación de fibras es aceptables pero se ven fibras con diferentes diámetros en comparación con la muestra 11.

4.3.3. Morfología de Fibras de PVP y una mezcla 70/30 % w/w.

Muestra 13 Fibras con 8% w/w de PVP

En la Tabla 22 se puede observar el valor de las variables del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 35 se puede observar las imágenes obtenidas con el Microscopio de Barrido.

Tabla 22

Variables y diámetro para fibras con 8% w/w PVP muestra 13

Etanol y DMF					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
13	8	5	20	6	0.73

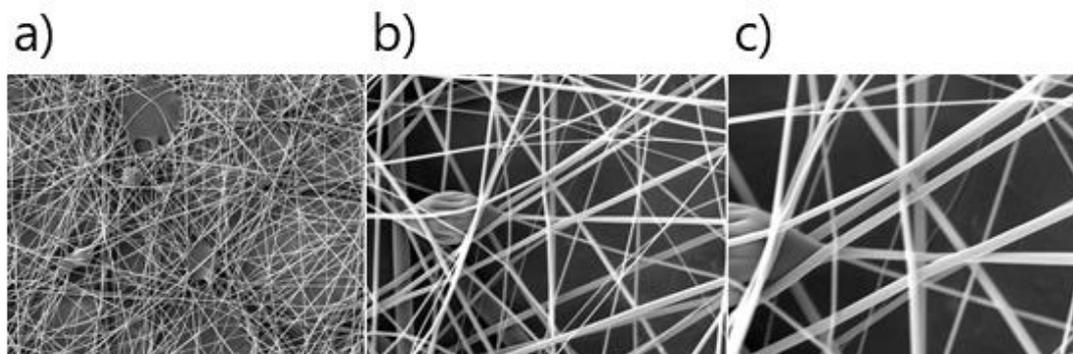


Figura 35 Fibras al 8% w/w PVP muestra 13 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 13 que corresponde a la solución de una mezcla 70/30 w/w de etanol y DMF con 8 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 5 ml/h, Distancia de 20 cm, Voltaje de 6 KV y un diámetro promedio de 0,73 μm , como se puede observar en la Figura 35 las fibras tienen algunos collares “beads” esto sugiere que el caudal no es el adecuado, las fibras son uniformes y no existen fibras bifurcadas, además que la concentración o acumulación de fibras es muy buena esto se debe a que la distancia es la adecuada.

Muestra 14 Fibras con 8% w/w de PVP

En la Tabla 23 se puede muestra el valor de las variables del proceso y el diámetro de las fibras para esta solución y en la Figura 36 se muestra las imágenes obtenidas con el Microscopio de barrido.

Tabla 23

Variables y diámetro para fibras con 8% w/w PVP muestra 14

Etanol y DMF					
Muestra	PVP % w/w	Caudal ml/h	Distancia cm	Voltaje KV	Diámetro μm
14	8	5	17	6	1.35

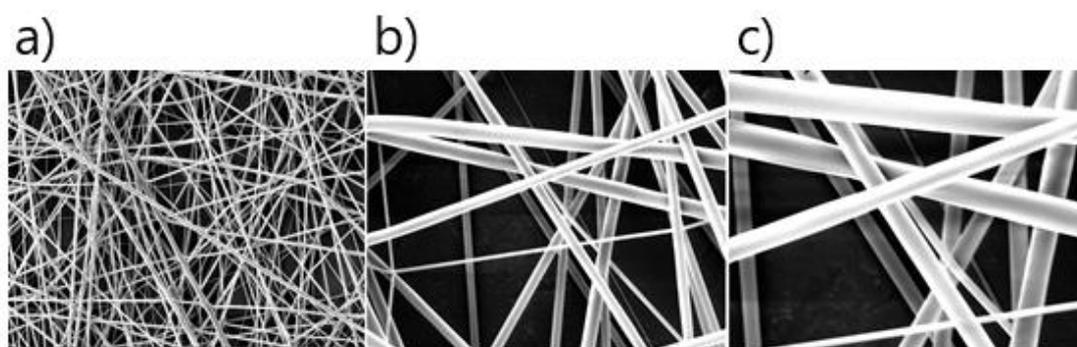


Figura 36 Fibras al 8% p/p PVP muestra 14 obtenidas del Microscopio de Barrido a) 1000x, b) 5000x y c) 10000x

Análisis

Para la muestra 14 que corresponde a la solución de una mezcla 70/30 w/w de etanol y DMF con 8 % de PVP, tenemos los siguientes valores para las variables: Caudal de 5 ml/h, Distancia de 17 cm, Voltaje de 6 KV y un diámetro promedio de 1,35 μm , como se puede observar en la Figura 36 las fibras no tiene collares “beads” esto sugiere que el caudal es el adecuado, las fibras son más uniformes que la muestra 13 y no hay fibras bifurcadas además que la concentración o acumulación es mayor que la muestra 13 esto se debe a que la distancia es la indicada .

4.4. Análisis de propiedades Mecánicas

Después de realizar el análisis morfológico, basándose en los criterios de homogeneidad y la cantidad de collares o “beads” se escogió una solución para cada tipo de solvente para determinar las propiedades mecánicas, las soluciones escogidas fueron las siguientes:

- Muestra 5, solución de etanol con 8% w/w de PVP
- Muestra 11, solución de DMF con 14% w/w de PVP
- Muestra 14, solución de mezcla Etanol y DMF 70/30 w/w y 8% w/w de PVP.

A continuación, se detalla los valores y resultados obtenidos del Microscopio de fuerza atómica AFM

4.4.1. Análisis Mecánico de fibras de etanol al 8% w/w muestra 5

Del Centro de Microscopía Avanzada de la Universidad de Antioquia-Colombia se recibieron los siguientes resultados, después de un análisis en el Microscopio de Fuerza Atómica.

Módulo de Elasticidad

Para la muestra 5 PVP 8% Etanol se reportó un valor promedio de 40,08 MPa con una desviación estándar de 7,4. En la Figura 37 se observa el valor promedio y la desviación estándar de los datos, mientras que en la

Figura 38 se presenta el histograma de frecuencias, también se muestra en la Figura 39 la curva de fuerza de un punto analizado en la muestra .

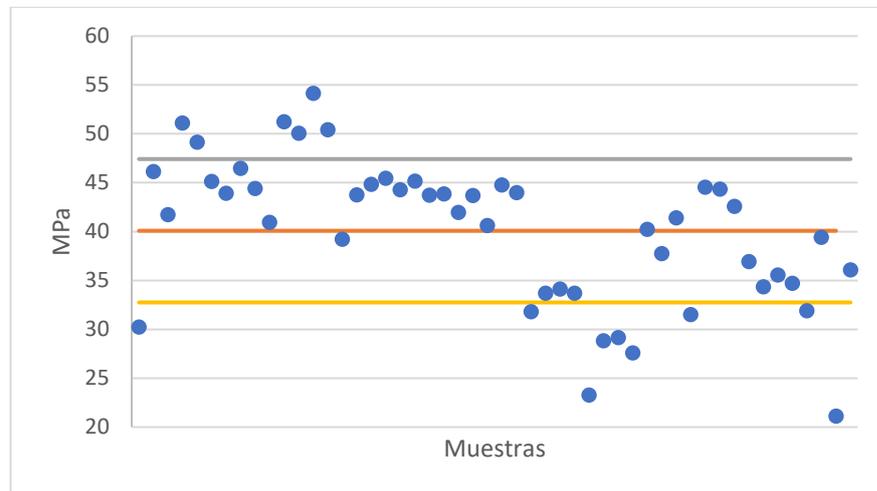


Figura 37 Valor promedio y desviación estándar de los datos de la muestra de etanol y PVP al 8%

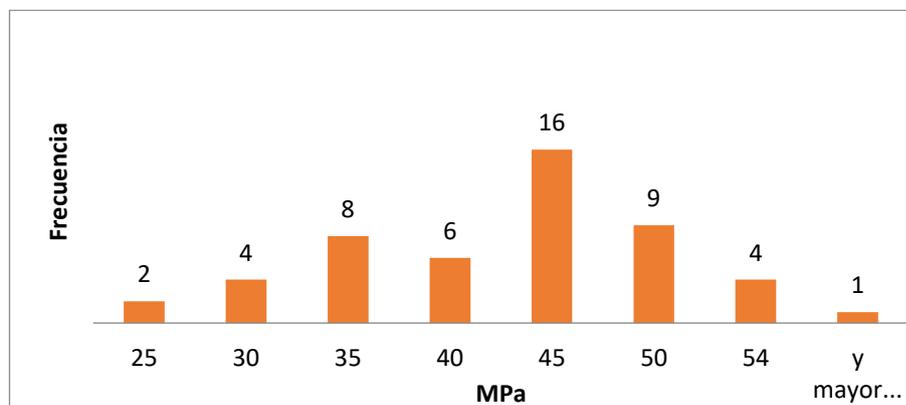


Figura 38 Histograma de frecuencias de la muestra de etanol y PVP al 8%

Curva de Fuerza



Figura 39 Curva de Fuerza para fibras de etanol y PVP al 8% obtenidas del Microscopio AFM

4.4.2. Análisis Mecánico de fibras de DMF al 14%w/w muestra 11

Del Centro de Microscopía Avanzada de la Universidad de Antioquia-Colombia se recibieron los siguientes resultados, los cuales fueron realizados en un Microscopio de Fuerza Atómica AFM.

Módulo de Elasticidad

Para la muestra 11 PVP 14% DMF se obtuvo un valor promedio de 8,8 MPa. Con una desviación estándar de 2,1. En la Figura 40 se puede ver el valor promedio y la desviación estándar de los datos, mientras que en la Figura 41 se muestra el histograma de frecuencia de los datos además en la Figura 42 se muestra el diagrama o curva de fuerza de uno de los puntos analizados.

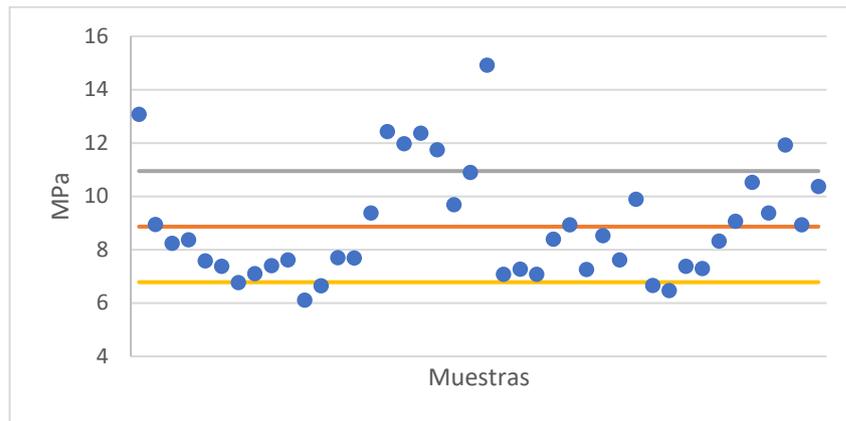


Figura 40 Valor promedio y desviación estándar de los datos de la muestra DMF y PVP al 14%

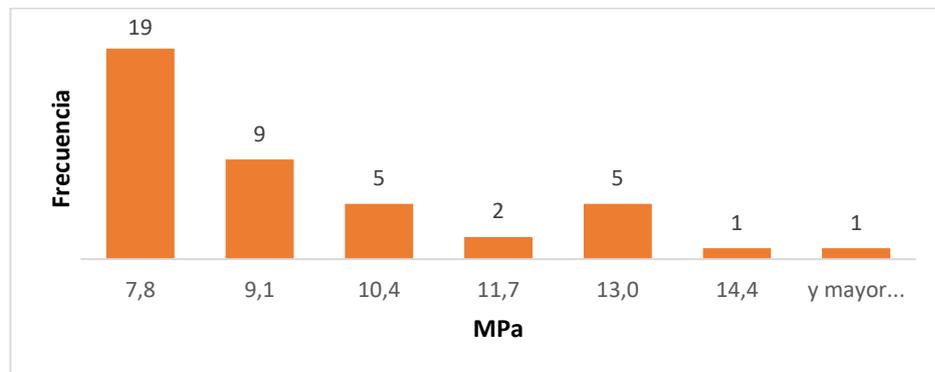


Figura 41 Histograma de frecuencias de la muestra DMF y PVP al 14%

Curva de Fuerza

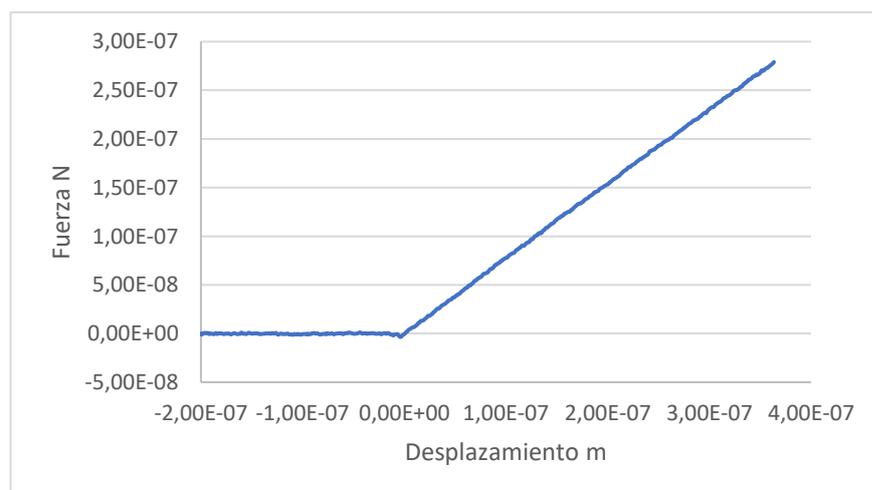


Figura 42 Curva de Fuerza para fibras de DMF y PVP al 14% obtenidas del Microscopio AFM

4.4.3. Análisis Mecánico de fibras de DMF, etanol muestra 14

Del Centro de Microscopía Avanzada de la Universidad de Antioquia-Colombia se recibieron los siguientes resultados, obtenidos de un análisis en el Microscopio de Fuerza Atómica AFM.

Módulo de Elasticidad

Para la muestra 14 PVP 8% etanol y DMF se reportó un valor promedio de 32,78 MPa y una desviación estándar de 20,7. En la Figura 43 se muestra el valor promedio y la desviación estándar de los datos, mientras que en la Figura 44 se presenta el histograma de frecuencia de los datos, además en la Figura 45 se muestra la curva de fuerza para un punto analizado en la muestra.

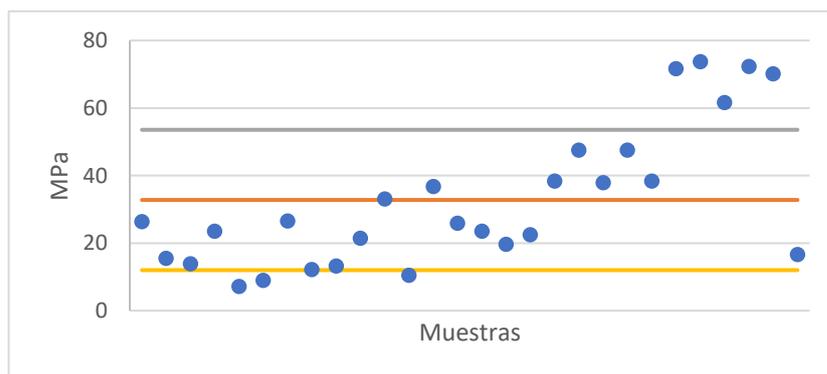


Figura 43 Valor promedio y desviación estándar de los datos de la muestra etanol/DMF 70/30 y PVP al 8%

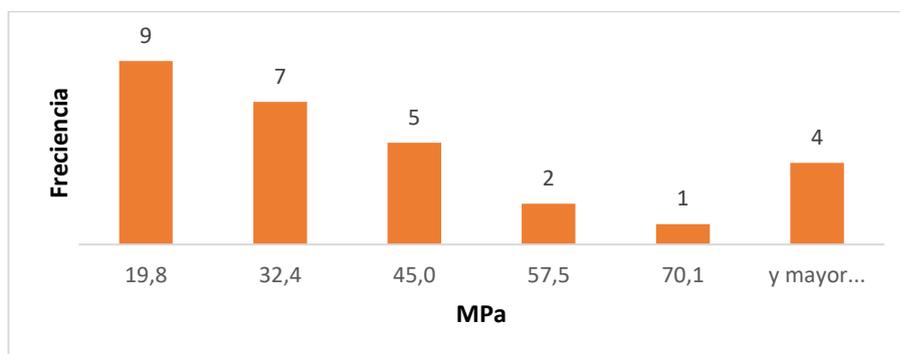


Figura 44 Histograma de frecuencias de la muestra etanol/DMF 70/30 y PVP

Curva de Fuerza



Figura 45 Curva de Fuerza para fibras de etanol, DMF 70/30 y PVP al 8% obtenidas del Microscopio AFM

Capítulo V

5. Conclusiones y Recomendaciones

5.1. Conclusiones

- Se realizó la caracterización morfológica de fibras de PVP K90 con dos tipos de solventes Etanol y DMF, variando parámetros como: concentración de PVP, tensión, caudal y distancia; con los datos obtenidos de la Microscopía, se concluye que el parámetro más influyente en la morfología de las fibras, específicamente en el diámetro y homogeneidad es la concentración polimérica, con una relación directamente proporcional entre el diámetro y el porcentaje de Polímero. Se determinó que para obtener fibras aceptables los porcentajes en peso de PVP para el etanol son de 6% a 10% y para el DMF de 10% a 14% valores mayores o menores a estos no se obtuvieron buenos resultados, además se realizó una mezcla entre solventes con una relación etanol/DMF 70/30 en peso y una concentración de 8% w/w PVP obteniendo fibras homogéneas, por lo que se concluye que el etanol es la mejor alternativa para el proceso de Electrospinning por otra parte en la experimentación el etanol mostro mayores facilidades en la fabricación de fibras como menor tiempo de deposición para obtener muestras aceptables y menor tiempo de disolución del polímero.
- Se concluye que para obtener fibras de PVP con propiedades morfológicas aceptables los valores de las variables; usando etanol como solvente son: tensión entre 5 y 6 KV, para el caudal entre 4 y 5 ml/h. distancia entre 15 y 20 cm y una concentración entre 6 y 10%; usando como solvente DMF se obtuvieron los siguientes valores: para la tensión entre 5 y 6 KV, para el caudal 0,5 ml/h y una distancia entre 15 y 20 cm con concentraciones del 10 al 14%, se tomo como punto de partida trabajos previos relacionados al tema, aunque se sabe que las

variables que intervienen en el electrospinning varían dependiendo del polímero en este trabajo se observó que la distancia es un parámetro importante ya que se mantuvo prácticamente igual la tensión, el caudal, concentración y al variar la distancia varían las propiedades morfológicas, para el solvente etanol se observó un incremento de diámetro con una distancia mayor, para el solvente DMF los datos muestran un incremento de diámetro con una mayor distancia, aunque con la mezcla entre solventes etanol/DMF se pudo ver una disminución de diámetro con el aumento de la distancia.

- Los parámetros para obtener las mejores fibras fueron: Usando como solvente etanol, un caudal de 3 [ml/h], una distancia entre colector y punta de 15 [cm], un voltaje de 6 [KV] y una concentración de PVP de 8% w/w con un diámetro de fibra de 1,6 [μm] ; Usando como solvente DMF, un caudal de 0,5 [ml/h], una distancia entre colector y punta de 20 [cm], un voltaje de 6 [KV] y una concentración de PVP de 14 % w/w con un diámetro de fibra de 1,22 [μm] y Usando como solvente una mezcla de Etanol y DMF con una relación 70/30 en peso respectivamente, un caudal de 5 [ml/h], una distancia entre colector y punta de 17 [cm], un voltaje de 6 [KV] y una concentración de PVP de 8 % w/w con un diámetro de fibra de 1,35 [μm], cabe señalar que todas las pruebas se realizaron bajo condiciones de laboratorio.
- Se realizó una caracterización mecánica de las fibras con ayuda del Microscopio de Fuerza Atómica AFM obteniendo los siguientes resultados: Para fibras de Etanol y PVP al 8% w/w se tiene un Módulo de elasticidad de 40,08 [MPa]; Para fibras de DMF y PVP al 14% w/w se tiene un Módulo de elasticidad de 8,8 [MPa] y Para fibras de una mezcla de Etanol y DMF 70/30 w/w y PVP al 8% se tiene un Módulo de elasticidad de 32,78 [MPa], con desviaciones estándar entre el 15 % y 50% lo cual está en el rango normal para mediciones de este tipo, con

estos datos se concluye que usar como solvente etanol en el proceso de fabricación de fibras de PVP mediante la técnica de Electrospinning, tiene una mayor influencia en la propiedades mecánicas ya que el módulo de elasticidad de las fibras de etanol es 3 veces mayor que las de DMF, por otra parte el módulo de elasticidad de las fibras PVP de etanol/DMF 70/30 también es mayor que el de las fibras de DMF, esto se debe a que el solvente etanol tiene un menor punto de ebullición (etanol 78°C, DMF 153°C) y una mayor viscosidad (Etanol 1.074 mPa·s a 20 °C, DMF 0.9mPa·s a 20 °C).

- Los datos obtenidos del Microscopio de Fuerza Atómica AFM muestra que las fibras de PVP y etanol tienen un Módulo de elasticidad de 40,08 [MPa], mayor que las demás fibras además que tiene la desviación estándar en porcentaje de 18 % menor que las otras muestras y los datos se ajustan mejor a una distribución normal por lo que se concluye que el módulo de elasticidad de las fibras de etanol y PVP es más confiable que las otras muestras estudiadas.

5.2. Recomendaciones

- En el Electrospinning intervienen muchas variables como: ambientales, de proceso y de solución los cuales tienen influencia en la morfología y propiedades mecánicas de las fibras, por lo que se recomienda tener un correcto control de estos parámetros y un correcto manejo de los instrumentos de medición.
- Se recomienda hacer uso de los protocolos de seguridad de los laboratorios ya que se trabaja con materiales que pueden afectar la salud y además que los laboratorios cuentan con equipos de medición muy precisos y sensibles por lo que es obligatorio que las personas encargadas asesoren todos los pasos.

- Motivar el estudio y la investigación en este campo ya que el desarrollo de tecnologías para la fabricación de nuevos materiales específicamente poliméricos ve en la técnica de electrospinning una opción prometedora a futuro, además que esta técnica en el país es relativamente nueva y muy poco abordada.
- Se recomienda un estudio más profundo de la influencia de variables como: tensión, caudal, distancia para fibras de PVP con solventes Etanol y DMF, ya que en este trabajo solo se estudio la influencia de los solventes y se sabe que la variación de algunos parámetros hace que las propiedades morfológicas cambien totalmente.
- Hacer estudios mecánicos usando diferentes solventes y polímeros para así poder comparar sus propiedades y encontrar aplicaciones basados en estos estudios.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alicante. (1998). *Monografías Farmacéuticas*. C.O.F. Obtenido de http://www.acofarma.com/admin/uploads/descarga/6736-0ecdbdb2bda0809407a6e97d83c77583978e046c/main/files/Polivinil_pirrolidona.pdf
- Baumgarten, P. K. (1971). Electrostatic Spinning of Acrylic Microfibers. *J. Colloid Interf*, 36.
- Bhattarai , S. R., Bhattarai, N., Yi, H. K., Hwang, P. H., Cha, D. I., & Kim, H. Y. (2004). Novel biodegradable electrospun membrane: scaffold for tissue engineering. *Biomaterials*, 25.
- Buchko, C. J., Chen, L. C., Shen, Y., & Martin, D. C. (1999). Processing and microstructura characterization of porous biocompatible protein polymer thin films . *Polymer* .
- Budynas, R. G., & Nisbett, K. J. (2008). *Diseño en Ingeniería mecánica de Shigley*. Mexico: The McGraw-Hill Interamericana.
- Choi, J. S., Lee, S. W., Jeong , L., Bae, S. H., Min, B. C., Youk, J. H., & Park, W. H. (2004). Effect of organosoluble salts on the nanofibrous structure of electrospun poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate). . *International Journal of Biological Macromolecules*, 34.
- Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., Harris, D., & Tan, N. C. (2001). The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles. *Polymer* , 42.
- Demir, M. M., Yilgor, I., Yilgor, E., & Erman, B. (2002). Electrospinning of polyurethane fibers. *Polymer* , 43.
- DLEP. (2011). *DOCUMENTACIÓN TOXICOLÓGICA PARA EL ESTABLECIMIENTO DEL LÍMITE DE EXPOSICIÓN PROFESIONAL DEL N,N-DIMETILFORMAMIDA*. Obtenido de http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/LEP%20_VALORES%20LIMITE/Doc_Toxicologica/Ficheros%202011/DLEP%2067%20N,N-Dimetilformamida.pdf
- Doshi, Jayesh, Renekar, & Darell, H. (1995). Electrospinning Process and Applications of Electrospun Fibers. *ELSEVIER*, 1.
- Duque, L. M., Rodriguez, L., & Lopez, M. (2013). ELECTROSPINNING: LA ERA DE LAS NANOFIBRAS. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 1.
- Ecured*. (9 de Septiembre de 2017). Obtenido de <https://www.ecured.cu/Etanol>

- Fong, H., & Reneker, D. H. (1999). Elastomeric nanofibers of styrene-butadiene-styrene triblock copolymer. *Polymer*, 37.
- Gershon, B., Marom, G., & Cohn, D. (1990). New arterial prostheses by filament winding. *Clinical Materials*, 13-27.
- Greiner, A., & Wendorf, J. H. (2007). Electrospinning: A Fascinating Method for the Preparation of Ultrathin Fibers. *Nanotechnology*.
- Hoerstrup, S. P., Zund, G., Sodian, R., Schnell, A. M., Grunenfelder, J., & Turina, M. I. (2001). Hoerstrup, S.P., Zund, G., Sodian, R., Schnell, A.M., Grunenfelder, J. and Turina, M.I Tissue engineering of small caliber vascular grafts. *Eur. J. Cardiothorac.*, 20.
- Huang, Z. M., Zhang, Y. Z., Kotaki, M., & Ramakrishna, S. (2003). A review on polymer nanofibers by electrospinning and. *ELSEVIER*, 1.
- Jaime, R. P., & Magdalena, F. (s.f.). Principios básicos del Microscopio Electrónico de Barrido. *Sección de Microscopía Electrónica. Centro de Investigación. Hospital, La Fé*, 74-79.
- Jarusuwannapoom, T., Hongrojjanawiwat, W., Jitjaicham, S., Wannatong, L., Nithitanakul, M., Pattamaprom, C., . . . Supaphol, P. (2005). Effect of solvents on electro-spinnability of polystyrene solutions and morphological appearance of resulting electrospun polystyrene fibers. *Euro. Polym*, 41.
- John, E. S., James, W. C., & Paul, M. (s.f.). Calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers. *AIP Review of Scientific Instruments*, 3968.
- Kameoka, J., Czaplewski, D., Liu, H., & Craighead, H. G. (2004). Polymeric nanowire architecture. *J. Mater. Chem*, 14.
- Khil, M. S., Cha, D. I., Kim, H. Y., Kim, I. S., & Bhattarai, N. (2003). Electrospun nanofibrous polyurethane membrane as wound dressing. *J. Biomed. Mater*, 675-679.
- Kim, K., Luuc, Y. K., Chang, C., Fang, D., Hsiao, B. S., Chua, B., & Hadjiargyrou, M. (2004). Y.K., Chang, C, Fang, D., Hsiao, B.S., Chua, B. and Hadjiargyrou, M. (2004d). Incorporation and controlled release of a hydrophilic antibiotic using poly(lactide-co-glycolide)-based electrospun nanofibrous scaffolds. *J.control Release*, 98.
- Lee, K. H., Kim, H. Y., Ra, Y. M., & Lee, D. R. (2003). Characterization of nanostructured poly(e-caprolactone) nonwoven mats via electrospinning. *Polymer*, 44.
- Li, Z., & Wang, C. (2013). Effects of Working Parameters on Electrospinning.

- Liu, H. Q., & Hiseh, Y. L. (2002). Ultrafine Fibrous Cellulose Membranes from Electrospinning of Cellulose Acetate. *J. Polym. Sci. Pol. Phys*, 40.
- López, E. A., & Solares, S. D. (2014). El microscopio de fuerza atómica: métodos y aplicaciones. *Revista 28 de la universidad del valle de Guatemala*, 1.
- Mariano. (3 de Enero de 2012). *Tecnología de los Plásticos*. Obtenido de <http://tecnologiadelosplasticos.blogspot.com/2012/01/polivinilpirrolidona.html>
- Maus, R., Goppelsroder, A., & Umhauer, H. (1997). Viability of bacteria in unused air filter media. *Atmos. Environ*, 15-31.
- Megelski, S., Stephens, J. S., Chase, D. B., & Rabolt, J. F. (2002). Micro- and nanostructured surface morphology on electrospun polymer fibers, *Macromolecules*. 35.
- Mit, u. C., Nithitanakul, M., & Supaphol, P. (2004). Ultrafine Electrospun Polyamide-6 Fibers: Effect of Solution Conditions on Morphology and Average Fiber Diameter. . *Macromol Chem Physic*, 205.
- Mo, X. M., Xu, C. Y., Kotaki, M., & Ramakrishna, S. (2004). Electrospun P(LLA-CL) nanofiber: a biomimetic extracellular matrix for smooth muscle cell and endothelial cell proliferation. *Biomaterials*, 25.
- Nieh, S., & Nguyen, T. (1988). Effects of Humidity, Conveying Velocity, and Particle Size on Electrostatic Charges of Glass Beads in a Gaseous Suspension Flow. *Electrostat*, 21.
- Nunez, C. E. (2008). COMENTARIOS SOBRE SOLVENTES Y SOLUBILIDADES. *CENunez*, 6.
- Petr, K. (2013). *Quantitative data processing in scanning probe microscopy*. Amsterdam: ELSEVIER .
- Ramakrishna , S., Fujihara, K., Teo, W. E., Lim, T. C., & Ma, Z. (2005). *An Introduction to Electrospinning and nanofibers*. Singapore: World Scientific Publishing.
- Renekar , D. H., Yarin, A. L., Fong, H., & Koomhongse, S. (2000). Bending instability of electrically charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning. *J. Appl.Phys*, 87.
- Rutledge, G. C., Li, Y., Fridrikh, S., Warner, S. B., Kalayci, V. E., & Patra, P. (2000). Electrostatic Spinning and Properties of Ultrafine Fibers, National Textile Center. *National Textile Center*, 1-10.
- Shenoy, S. L., Bates, W. D., Frisch, H. L., & Wnek, G. E. (2005). Role of chain entanglements on fiber formation during electrospinning of polymer

solutions: good solvent, non-specific polymer-polymer interaction limit. *Polymer*, 46.

Shum, T. D., Stock, U., Hrkach, J., Shinoka, T., Lien, T. J., & Moses, M. A. (1999). Tissue engineering of autologous aorta using a new biodegradable polymer. *Ann. Thorac. Surg.* 68, pp. 2298-2305. , 68.

Suthar, A., & Chase, G. (2001). Nanofiber in filter media. . *Chemical Engineer*, 26-28.

Vongsetskul, T., Chantarodsakun, T., Wongsomboon, P., Rangkupan, R., & Tangboriboonrat, P. (2015). Effect of Solvent and Processing Parameters on. *Chiang Mai University*.

Weissermel, K., & Arpe, H. J. (2010). Important Raw Materials and Intermediates. *Industrial Organic Chemistry*.

Zhong, X. H., Kim, K. S., Fang, D. F., Ran, S. F., Hsiao, B. S., & Chu, B. (2002). Structure and process relationship of Electrospun bioabsorbable nanofiber membranes. . *Polymer*, 43.