



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

POSGRADO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA QUÍMICA

**“Evaluación de propiedades fisicoquímicas,
biodegradabilidad y actividad antimicrobiana de fibras
de poli (ácido láctico) con quitosano (PLA/Q),
fabricadas mediante electrohilado.”**

Presenta

L.Q. Rivera García Nancy Araceli

Para recibir el grado de

Maestro en Ciencias en Ingeniería Química



San Luis Potosí, S. L. P., agosto de 2022



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

POSGRADO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA QUÍMICA

**“Evaluación de propiedades fisicoquímicas,
biodegradabilidad y actividad antimicrobiana de fibras
de poli (ácido láctico) con quitosano (PLA/Q),
fabricadas mediante electrohilado.”**

Presenta

L.Q. Rivera García Nancy Araceli

Para recibir el grado de

Maestro en Ciencias en Ingeniería Química

Directores de tesis

Dra. Alma Gabriela Palestino Escobedo

Dr. Miguel Ángel Waldo Mendoza



San Luis Potosí, S. L. P., agosto de 2022

El programa de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí pertenece al Programa Nacional de Posgrados de Calidad (PNPC) del CONACyT, registro 000 896, en el Nivel Consolidado.

Se agradece a CONACyT por la Beca de Maestría No. 785374, otorgada a Nancy Araceli Rivera García (CVU No. 883212).



Evaluación de propiedades fisicoquímicas, biodegradabilidad y actividad antimicrobiana de fibras de poli (ácido láctico) con quitosano (PLA/Q), fabricadas mediante electrohilado por Rivera García Nancy Araceli se distribuye bajo una [Licencia Creative Commons Atribución-NoComercial-SinDerivadas 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

MIEMBROS DEL JURADO Y SUBCOMITÉ TUTORIAL

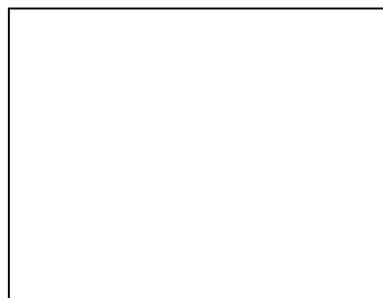
DRA. ALMA GABRIELA PALESTINO ESCOBEDO
DIRECTOR DE TESIS

Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Av. Dr. M. Nava No. 6, Zona Universitaria, 78260, San Luis Potosí, México



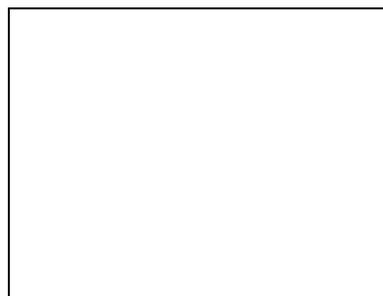
DR. MIGUEL ÁNGEL WALDO MENDOZA
DIRECTOR DE TESIS

Tecnología Sustentable Greenova S.A. de C.V., Lago Ontario 255, Residencial Los Lagos, Villa De Pozos 78421, San Luis Potosí, México



DR. JOSÉ ELÍAS PÉREZ LÓPEZ
SINODAL

Instituto de Física, Av. Parque Chapultepec 1570, Privadas del Pedregal, 78295, San Luis Potosí, México



DR. VLADIMIR ESCOBAR BARRIOS
SINODAL EXTERNO

Departamento de Materiales Avanzados, Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica (IPICyT), Camino a la presa San José 2055, Lomas 4a Sección, CP. 78216, San Luis Potosí, S.L.P., México



AGRADECIMIENTOS

A mis asesores de tesis; Dra. Alma Gabriela Palestino por permitirme colaborar en su grupo de investigación, por su guía y confianza, y Dr. Miguel Ángel Waldo Mendoza, por creer en mí aun cuando yo misma no lo hacía, por su orientación, consejos y contribución. Muchas gracias a ambos por el apoyo otorgado para la culminación de este trabajo.

Agradezco al Dr. Elías Pérez por sus valiosas observaciones, aportaciones y por la confianza para continuar con mi formación académica, y al Dr. Vladimir por su valiosa contribución.

A mi familia por sus palabras de aliento cuando el camino parecía no tener final; a mi mamá Ignacia García por su apoyo incondicional, por obligarme a descansar y prepararme la comida más rica, a mi hermana Fabiola Rivera por escucharme y entenderme y a Luis Ferretiz por las risas, a mi papá Álvaro Rivera por su apoyo, a Toro, Rex y Leo, por su amor y compañía y a Grizzly y Polar por su amor y travesuras.

Muchas gracias a mis amigos, Marissa, Clarita, César, Uri, Carlos, Alfredo, Pedro y Luis, por entenderme y no olvidarme nunca, por apoyarme e intentar distraerme cuando ya no daba más, por hacerme reír hasta rodar y por sus abrazos. A Camilo, Moi, Valeria y Ashanti por mostrarme lo extraordinarios e increíblemente divertidos que son y hacer de esta experiencia algo inolvidable y feliz, a Michel, Ceci, Daya y Sebastián por todo el apoyo y conocimiento compartido, por sus palabras de aliento y amistad, sin ustedes no lo hubiera logrado nunca. Gracias a Nati, Martín, Luis, Manu y Kevin, la distancia nos podrá separar, pero la amistad se mantendrá siempre.

A I. Q. Ana Lourdes Rodríguez Villanueva por el apoyo en la caracterización de las muestras, por compartir su conocimiento y por la ayuda brindada siempre. Gracias a la Dra. Anahy Cisneros, Dr. César Del Ángel, Dr. Miguel Olvera y Dr. Azael Gómez, por su asesoría en las técnicas de caracterización, por escucharme y por su entusiasmo contagioso. Muchas gracias al Laboratorio de Biopolímeros y Nanoestructuras por su apoyo

Agradezco muchísimo a mis compañeros de Greennova, parte fundamental para lograr este proyecto; Dr. Miguel Waldo, por su liderazgo, apoyo, confianza, ejemplo y por toda la paciencia. A Andrés y Nalle por su comprensión y apoyo aún a altas horas de la madrugada. A Rocío por siempre creer en mí, a Daya por sus valiosos aportes, a Mariana por su optimismo y entusiasmo, a Alejandro y Miguel por su apoyo y chistes. Somos un gran equipo.

RESUMEN

En este trabajo de investigación se estudiaron las propiedades fisicoquímicas, antimicrobianas, fotodegradación y biodegradabilidad por composta de no-tejidos de poli (ácido láctico) /quitosano (PLA/Q), fabricados mediante electrohilado. Se evaluó la influencia de la concentración de Q uniformemente distribuido en la red no tejida de PLA sobre las diferentes propiedades del sistema.

El análisis químico demostró que no hay interacción química entre el PLA y el Q y por microscopía estereoscópica y SEM se comprobó que las partículas de Q se distribuyen homogéneamente dentro de la red del no tejido y modifican la morfología superficial del PLA incrementando la uniformidad del diámetro de las fibras, encontrándose que el denier de los compositos es comparable con el denier de no tejidos fabricados por métodos convencionales como spunbond. Además, la exposición a luz UV mostró evidencia de la actividad fotodegradativa del quitosano, la cual promueve la fotodegradación del composito en tiempos de 800 h-1200 h, con un 10 % de quitosano dentro de la matriz polimérica. Por otro lado, se obtuvo una biodegradación por composta de los compositos PLA/Q hasta de un 60 % en 45 días, bajo condiciones controladas de humedad (50 %) y temperatura (55 ± 5 °C), para el caso del no tejido con 10 % de quitosano en PLA. Finalmente, las pruebas de actividad antimicrobiana arrojaron que los diferentes compositos no muestran efecto inhibitorio contra *S. aureus* y *E. coli*, esto se puede mejorar aumentando la concentración de quitosano, disminuyendo su tamaño de partícula o bien, añadiendo un agente antimicrobiano que actúe en sinergia con el quitosano.

Se logró desarrollar un material con propiedades fisicoquímicas, actividad antimicrobiana, fotodegradación y biodegradación por composta con potencial uso en la fabricación de no tejidos para sustitución de materiales no bidegradables.

Palabras clave: Poli (ácido láctico), quitosano, electrohilado, no tejido.

ABSTRACT

The physicochemical, antimicrobial, photodegradation and compost biodegradability properties of poly (lactic acid)/chitosan (PLA/Q) nonwovens, manufactured by electrospinning, were studied. Influence of the concentration of Q uniformly distributed in the PLA nonwoven network on the different properties of the system was evaluated.

Stereoscopic microscopy and SEM analysis showed that there is no chemical interaction between PLA and Q. It was confirmed by chemical analysis that the Q particles are homogeneously distributed within the non-woven network and modify the surface morphology of the PLA increasing the uniformity of the diameter of the fibers, finding that the denier of the composites is comparable to the denier of nonwovens manufactured by conventional methods such as spunbond. In addition, exposure to UV light showed evidence of the photodegradative activity of chitosan, which promotes the photodegradation of the composite in times of 800 h-1200 h, with 10% chitosan within the polymeric matrix. On the other hand, biodegradation by compost of the PLA/Q composites was obtained up to 60% in 45 days, under controlled conditions of humidity (50%) and temperature (55 ± 5 °C), for the case of non-woven with 5 and 10% chitosan in PLA. Lastly, the antimicrobial activity tests showed that the different compounds do not show an inhibitory effect against *S. aureus* and *E. coli*, this can be improved by increasing the concentration of chitosan, decreasing its particle size or adding an antimicrobial agent that acts on synergy with chitosan.

It was possible to develop a material with physicochemical properties, antimicrobial activity, photodegradation and biodegradation by compost with potential use in the manufacture of nonwovens to replace non-biodegradable materials.

Keywords: Poly (lactic acid), chitosan, electrospinning, nonwoven.

CONTENIDO

I. INTRODUCCIÓN.....	1
II. HIPÓTESIS.....	5
III. OBJETIVOS	6
IV. ANTECEDENTES.....	7
4.1 TELA NO TEJIDA (NONWOVEN)	7
4.1.1 APLICACIONES	8
4.2 MÉTODOS CONVENCIONALES DE FABRICACIÓN: SPUNBOND Y MELTBLOWN.....	9
4.2.1 SPUNBOND	10
4.2.2 MELTBLOWN	11
4.3 MÉTODO ALTERNATIVO: ELECTROHILADO	13
4.4 POLI (ÁCIDO LÁCTICO)	15
4.4.1 PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS.....	17
4.4.2 DEGRADACIÓN DEL PLA.....	18
4.4.2.1 FOTODEGRADACIÓN	19
4.4.2.2 BIODEGRADACIÓN	20
4.5 QUITOSANO.....	21
4.5.1 ESTRUCTURA QUÍMICA	21
4.5.2 GRADO DE ACETILACIÓN	22
4.5.3 CAPACIDAD ESTRUCTURAL.....	23
V. MATERIALES, MÉTODOS Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES.....	24
5.1 MATERIALES	24
5.2 PARÁMETROS DE ELECTROHILADO	24
5.3 OBTENCIÓN DE SOLUCIONES.....	26
5.4 ELABORACIÓN DE NO TEJIDOS POR ELECTROHILADO	27
5.5 CARACTERIZACIÓN DE NO TEJIDOS.....	28
5.5.1 ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO CON TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	28
5.5.2 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)	29
5.5.3 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).....	29
5.5.4 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (XRD)	30
5.5.5 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)	30
5.5.6 MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA	31

5.5.7	ÍNDICE DE FLUIDEZ (ASTM D1238)	31
5.5.8	FOTODEGRADACIÓN.....	32
5.5.9	COMPOSTABILIDAD (ASTM D5338).....	32
5.5.10	ACTIVIDAD ANTIMICROBIANA (AATCC 147)	33
VI.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	34
6.1	EFFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DEL POLÍMERO EN SOLUCIÓN	34
6.2	EFFECTO DEL CAPILAR DE ALIMENTACIÓN	35
6.3	EFFECTO DEL TIEMPO DE DISOLUCIÓN DEL POLÍMERO	37
6.4	CARACTERIZACIÓN QUÍMICA (FTIR)	43
6.5	CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).....	46
6.6	DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	47
6.7	ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)	50
6.8	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)	51
6.9	FOTODEGRADACIÓN.....	54
6.10	BIODEGRADACIÓN POR COMPOSTA	56
6.11	ACTIVIDAD ANTIMICROBIANA.....	59
VII.	CONCLUSIONES	61
VIII.	BIBLIOGRAFÍA	63
IX	PERSPECTIVAS	67
X.	GLOSARIO	68

FIGURAS

Figura 1. Representación gráfica de la fabricación de telas no tejidas PLA/Q, su actividad antimicrobiana, aplicaciones y disposición final.	5
Figura 2. Esquema representativo del proceso Spunbond EP 1563132, Kimberly-Clark.	10
Figura 3. Esquema del proceso Meltblown.	12
Figura 4. Esquema de la técnica de electrohilado.	15
Figura 5. Estructura del PLA y enantiómeros L (+) y D (-).	16
Figura 6. Diferentes procesos de polimerización del Poli (ácido láctico).	16
Figura 7. Reacciones de generación de radicales libres a partir del mecanismo de Norrish Tipo I y Tipo 2	19
Figura 8. Proceso de degradación de un polímero a partir de microorganismos	20
Figura 9. Estructura química del quitosano.	22
Figura 10. Morfología superficial de tela no tejida fabricada por electrohilado.	35
Figura 11. Distribución de denier de fibra.	37
Figura 12. Gráfico de valores de MFI de las soluciones bajo condiciones de disolución de 4 h a temperatura ambiente.	39
Figura 13. Índice de fluidez evaluado para PLA puro y solución Q10-15wv-32. Comparación de tiempo de disolución de 4 y 8 h.	40
Figura 14. Termogramas de PLA y composito Q10-15wv-32 en condiciones de disolución de 4 h y redisolución de 8 h.	42
Figura 15. Espectros de infrarrojo de quitosano y PLA puros, así como de los diferentes no tejidos fabricados por electrohilado	45
Figura 16. Termograma de PLA, quitosano y compuestos no tejidos obtenido por DSC.	47
Figura 17. Difractograma de PLA, Q y compositos PLA/Q.	49
Figura 18. Termograma de PLA, Q y no tejidos.	51
Figura 19. Micrografías de prototipos de telas no tejidas muestras.	53
Figura 20. Micrografías de fotodegradación de prototipos de no tejido. Tiempos de exposición de a) 0 h, b) 800 h y c) 1200 h.	55
Figura 21. Mecanismo propuesto para la fotodegradación de los compositos no tejidos.	56
Figura 22. Seguimiento visual de biodegradación de no tejidos.	58
Figura 23. Gráfico del área recuperada durante el análisis de biodegradación por composta de no tejidos.	59
Figura 24. Actividad antimicrobiana de compositos no tejidos en. a) <i>S. aureus</i> y b) <i>E. Coli</i> . c) Crecimiento bacteriano.	60

TABLAS

Tabla 5.1-1. Materiales utilizados.....	24
Tabla 5.2-2. Variables de electrohilado y valores óptimos para la formación de no tejidos PLA/Q.	25
Tabla 5.4-1. Identificación de muestras fabricadas por electrohilado.....	27

I. INTRODUCCIÓN

Desde 2019, el planeta se ha visto afectado por una pandemia originada por el nuevo coronavirus SARS-CoV-2, causante de un grave síndrome respiratorio conocido como COVID-19 (H. Ullah, 2020). Gobiernos de todo el mundo han tratado de mitigar los fatales decesos a través de la aplicación de diversas medidas como reducción de actividades económicas y comerciales, y recomendación de distanciamiento social, promoción de medidas de higiene personal como uso de equipo de protección como cubrebocas o caretas faciales, entre otras (Abdul Gaffar Khan, 2021). El uso de cubrebocas de tres capas desechables ha causado una especial alarma, pues su disposición final no es regulada ocasionando un aumento de residuos plásticos no gestionados, especialmente preocupantes debido a sus implicaciones para los ecosistemas naturales y salud pública y seguridad (Ana L. Patrício Silva, 2021). Se estima que los residuos plásticos generados por cubrebocas alrededor del mundo son de 1,601,666 toneladas por día. Solo en México, se estima una suma de 9,669,956.48 toneladas por día (Nsikak U. Benson, 2021).

Los cubrebocas están hechos principalmente de tela no tejida de polipropileno, un material obtenido por la polimerización del propileno, subproducto gaseoso de la refinación del petróleo, es no biodegradable, relativamente de bajo costo y con buenas propiedades mecánicas. Los servicios municipales esenciales, como la recolección y el tratamiento de desechos, se han visto amenazados mientras se produce un aumento sin precedentes en la cantidad de desechos médicos y domésticos generados. (Nsikak U. Benson, 2021).

Durante el tiempo en que se encuentran en el ambiente, las superficies plásticas pueden desgastarse, fragmentándose en diferentes tamaños, pero de igual forma se acumulan en el ecosistema (Segura, Raúl, & Guadalupe, 2015). Los desechos plásticos se pueden clasificar por su tamaño como nanoplásticos (<0,001 mm), microplásticos (≥ 0.001 mm y <5 mm), mesoplásticos (≥ 5 mm y <25 mm) y macroplásticos (≥ 25 mm). Los microplásticos se pueden dividir en dos tipos: microplásticos primarios y secundarios. Los microplásticos primarios son productos

para uso doméstico e industrial y los microplásticos secundarios son fragmentos generados por la ruptura de macroplásticos, a través de procesos como degradación biológica, fotodegradación, descomposición química y fragmentación física (Shim, Hee Hong, & Eo, 2018).

A medida que sigue creciendo la demanda industrial de estos productos, se ha vuelto imprescindible el desarrollo de nuevos materiales respetuosos con el medio ambiente, como es el caso de los bioplásticos (MacArthur, Waughray, & R. Stuchtey, 2016). Un bioplástico es un plástico de origen natural producido por un organismo vivo, sintetizado a partir de fuentes de energía renovables como plantas, algas, animales y microorganismos, o se sintetizan químicamente a partir de productos naturales, como azúcares, almidón, grasas naturales y aceites. y con carácter biodegradable (Hermida, 2012). Una de las mayores limitaciones con las que cuentan los bioplásticos es su poca estabilidad a altas temperaturas, la cual es una de las principales limitaciones del material polimérico. Los polímeros biodegradables más utilizados actualmente son: polí (ácido láctico) (PLA), policaprolactona (PCL), polibutilenadipatotereftalato (PBAT) y polihidroxibutirato (PHB) (Pagés, Carrascob, Gámez-Pérez, & Santanac, 2010).

El PLA es un poliéster alifático termoplástico obtenido a partir de trigo, recursos a base de maíz y azúcar como almidón, caña de azúcar, celulosa, etc., que ha adquirido especial importancia debido a sus características; es natural, renovable, presenta alta resistencia, biocompatibilidad, resistencia al calor, baja toxicidad, transparencia, buenas propiedades de barrera, buen procesamiento y estabilidad. (Jon Andrade-Del Olmo, 2019) (K. Hamad, 2015) (Yaowen Liu, 2018). Sin embargo, debido a que es un polímero de alta cristalinidad e hidrofílicamente pobre, es necesario darle un tratamiento para que pueda cumplir los requisitos prácticos de algunas aplicaciones pues tiene bajo alargamiento a la rotura, baja tenacidad y, en consecuencia, elevada fragilidad, por lo que es deseable desarrollar nuevos precursores o mecanismos de síntesis de PLA, nuevos copolímeros o bien, combinarlo con materiales como carbonato de calcio, nanotubos de carbono, fibras naturales, rellenos celulósicos, etc, para obtener un mayor control de sus propiedades y mejores características.

Por otro lado, el quitosano (poli B- (1,4) N-acetil-D-glucosamina) (Q), es el segundo polisacárido más abundante que se encuentra en la naturaleza después de la celulosa, es no tóxico, degradable, biocompatible, y es un polisacárido biológicamente versátil (Yaowen Liu, 2018), además es un material antimicrobiano, propiedad de especial relevancia en el uso de fibras textiles de cubrebocas y ropa médica, estas características lo convierten en un material de potencial uso en combinación con PLA para la fabricación de no tejidos en sustitución de materiales no biodegradables.

La integración de quitosano en matriz polimérica de PLA se ha realizado exitosamente, como reporta Sébastien, F et. al en 2006, ellos prepararon películas compuestas de quitosano y poli (ácido láctico) (PLA) mediante mezcla de solución y un procedimiento de fundición de película. Los principales objetivos de este estudio fueron la elaboración y caracterización de bioenvases basados en PLA/Q para posibles aplicaciones alimentarias y el estudio de su actividad antifúngica, sin embargo, encontraron dificultades en la compatibilización, lo que condujo a la obtención de películas heterogéneas con propiedades fisicoquímicas limitadas. Por otro lado, investigadores como Fathima P. E. et al (2018), obtuvieron películas de PLA/Q con propiedades mecánicas y antimicrobianas que prometen un buen desempeño en el empaquetado de alimentos. Asimismo, el sistema PLA/Q se ha estudiado con el fin de evaluar el potencial para modificar tejidos celulares y acelerar su regeneración (Liu, 2017) o como absorbedor de metales como el Cu (II), a través de la fabricación de membranas por electrohilado (Zia, 2019).

Feng, S. y Jiao, X. N. propusieron en 2011 la fabricación de no tejidos utilizando un polímero biodegradable como el PLA, sin embargo, llevar el desarrollo de estos materiales a una escala industrial implica una alta inversión económica y tecnológica, razón por la cual es imprescindible el estudio previo a través de la fabricación de no tejidos por técnicas de relativa simplicidad como el electrohilado, que permite obtener fibras con propiedades específicas con alta generación de superficie-volumen para la elaboración de no tejidos (Feng, 2011). Durante el presente proyecto se fabricarán fibras de poli (ácido láctico) (PLA) con quitosano (Q) por el método de electrohilado y

se evaluarán sus propiedades fisicoquímicas, actividad antimicrobiana, fotodegradación y biodegradación por composta con la finalidad de obtener materiales potenciales para la fabricación de no tejidos en sustitución de materiales no bidegradables.

II. HIPÓTESIS

Las fibras de poli (ácido láctico) /quitosano (PLA/Q) fabricadas por el método de electrohilado tendrán propiedades fisicoquímicas adecuadas para la formación de una red no tejida aleatoriamente distribuida (no tejido). La integración de quitosano le brindará a las fibras de compuesto PLA/Q propiedades de actividad antimicrobiana, fotodegradación y biodegradación por composta superiores al PLA; los grupos amino con carga positiva interactúan con las cargas negativas de la pared celular de los microorganismos, provocan un rompimiento y ocasionan pérdida de compuestos proteicos y otros constituyentes intracelulares y, por otro lado, las partículas de quitosano integradas dentro de la red del compuesto funcionarían como puntos de fractura promoviendo su degradación por composta y como centros foto-reactivos para acelerar su fotodegradación. (Figura 1).

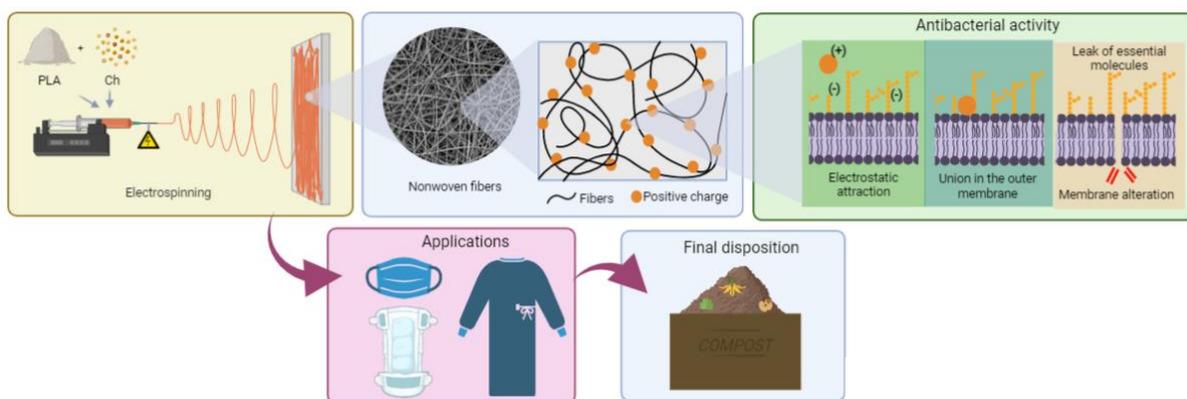


Figura 1. Representación gráfica de la fabricación de telas no tejidas PLA/Q, su actividad antimicrobiana, aplicaciones y disposición final.

III. OBJETIVOS

1. Objetivo general

Obtener no-tejidos de poli (ácido láctico) /quitosano (PLA/Q), fabricados mediante electrohilado y evaluar sus propiedades fisicoquímicas, antimicrobianas, de fotodegradación y biodegradabilidad por composta.

2. Objetivos específicos

- Determinar la influencia de la concentración de Q en las propiedades de las fibras PLA/Q.
- Obtener no tejidos de PLA/Q mediante el proceso de electrohilado.
- Evaluar las propiedades térmicas de los no tejidos (temperaturas de transición vítrea y temperaturas de degradación) por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y Análisis termogravimétrico (TGA).
- Evaluar las propiedades cristalinas de los no tejidos PLA/Q.
- Evaluar propiedades morfológicas de los no tejidos con mejores propiedades térmicas.
- Evaluar la fotodegradación y biodegradabilidad por composta de los no tejidos seleccionados.
- Evaluar actividad antimicrobiana de fibras seleccionadas en cepas bacterianas gram positivas y gram negativas (S. aureus y E. coli, respectivamente).

IV. ANTECEDENTES

4.1 Tela no tejida (Nonwoven)

Un no tejido es definido como una hoja, red o bloque fabricado de fibras orientadas direccional o aleatoriamente, unidas por fricción y/o cohesión y/o adhesión, excluyendo el papel y los productos tejidos, tricotados, empenachados, cosidos que incorporan hilos o filamentos de unión o fieltros por molienda en húmedo. Las fibras pueden ser de origen natural o artificial. Pueden ser filamentos discontinuos o continuos o estar formados in situ (W. Albrecht, 2003). Durante su fabricación, la falta de fuerzas de fricción suficientes debe compensarse mediante la unión de las fibras, lo que proporcionará la resistencia a la red del no tejido y marcará sus características mecánicas, por lo que debe hacerse de acuerdo con la aplicación final. Lo anterior se puede realizar por medio de agentes químicos como aglutinantes, por medios térmicos como la fusión parcial de las fibras por calandrado o soplado de aire o por métodos mecánicos (unión por fricción), como aguas, costuras, enredos o su combinación. La incorporación de aditivos, así como la correcta elección de material proveerá un no tejido que puede ser absorbente, transpirable, resistente a la flama, termosellable, ligero, antiestático, moldeable o rígido, resistente o repelente al agua, etc., con un amplio campo de aplicación, por ejemplo en higiene y cuidado personal (pañales, cubrebocas, ropa médica quirúrgica, toallas sanitarias, etc), en artículos para el hogar (bolsas de té y café, empaques, filtros, sábanas, plumeros, etc), entre otros. La estructura final constituida por dos o más capas de no tejido puede considerarse como un no tejido compuesto, y de acuerdo con los materiales utilizados, puede clasificarse en compuestos no tejido de multi fibra, no tejido multi filamento, no tejido combinado de fibra y filamento, no tejido compuesto con nanopartículas o no tejido híbrido. Por otro lado, de acuerdo con el proceso por el cual es fabricado, el material compuesto de no tejido se puede clasificar en 1) No tejido multi-formado; emplea más de una

sección de formación agregando diferentes fibras o filamentos a la red, algunos ejemplos son las telas no tejidas compuestas SMS/SMMS/SSMMMSS o las telas no tejidas compuestas CoForm, 2) No tejido multi-enlazado; y 3) No tejido laminado; laminando muchos sustratos no tejidos que consisten en fibras o filamentos de diferentes tipos o especies, o sustratos no tejidos con otros sustratos, que incluyen tejido, tejido de punto, tejido trenzado, películas y otros materiales. Desde 1998, se desarrolló una metodología preferida en la que dos telas no tejidas exteriores, compuestas de filamentos unidos por hilado oxidativamente degradados, se laminaron a una tela de microfibras sopladas en fusión, formando así un compuesto no tejido de unión por hilado/soplado en fusión/unión por hilado (Das, 2014), mejor conocido como spunbond/meltblown/spunbond, estructura utilizada en los conocidos cubrebocas de tres capas.

4.1.1 Aplicaciones

Debido a las características que los no tejidos pueden tener de acuerdo con la materia prima elegida y su proceso de fabricación, las aplicaciones cubren un amplio campo, a continuación, se enlistan algunas de las más importantes en el mercado (Geus, 2016):

- No tejido para aplicaciones médicas (ropa)
- Tela no tejida para diversos fines de limpieza exterior además de aplicaciones higiénicas (absorbentes de aceite, bolsas de aspiradora, etc.)
- Tela no tejida para aplicaciones internas (revestimiento de alfombras, revestimiento de paredes, laminación, etc.)
- Telas no tejidas de aplicación textil (forro, ropa de protección, telas aislantes, soporte, telas artificiales, etc.).
- Telas no tejidas para aplicaciones de construcción (envoltura de casas, drenaje, geotextil, base para techos, etc.).

- Telas no tejidas para filtración (todo tipo de filtros planos o circulares, así como filtros enchapados, mascarillas para polvo, etc.).
- No tejido en aplicaciones automotrices (absorción de sonido, cintas, piezas de cubierta, cintas aislantes para cables, etc.).
- Tela no tejida para recubrimiento y protección de superficies.
- No tejidos para uso agrícola (cobertura de cultivos, telas para mantillo, etc.).
- No tejido en empaques (sacos de cemento, bolsitas de té, bolsos de mano, etc.).

4.2 Métodos convencionales de fabricación: Spunbond y Meltblown

Debido a que procesos de fabricación de textiles, como el hilado y tejido se llevan a cabo en tiempos relativamente altos, el costo se incrementa. De esta forma nacen procesos de fabricación de textiles que buscaron “enredar” fibras evitando el tejido y con velocidades lineales que incluso pueden superar los quinientos metros por minuto (Walczak, 2002). Estos procesos llamados “spunbond”, se basan en la formación de fibras a partir de la masa fundida y las fibras se unen mediante métodos térmicos dando uso a las propiedades termoplásticas de los polímeros. Desde el punto de vista mecánico, el hilo torcido es una estructura única. Los filamentos individuales tienen una conformación helicoidal y se mantienen unidos con los otros filamentos por fuerzas de fricción. Al aplicar cierta fuerza de tensión, las hélices se vuelven más apretadas, las fuerzas normales que actúan sobre las fibras individuales aumentan con el aumento de la tensión, las fuerzas de fricción aumentan de igual manera. Mientras que, sin tensión, el hilo es suave y maleable, bajo tensión se vuelve más duro y más fuerte (Walczak, 2002). A continuación, se describen dos de los métodos más utilizados para fabricar compuestos de no tejidos, el proceso Spunbond y el proceso Meltblown.

4.2.1 Spunbond

El proceso de spunbond se desarrolló fuertemente en la década de 1950, por empresas como Du Pont, Freudenberg y Corovin (Russell, 2022) es un proceso de fabricación de no tejidos que implica la conversión directa de un polímero en filamentos continuos, integrado con la conversión de los filamentos en una tela no tejida dispuesta al azar.

El detalle del proceso (Figura 2) se explica a continuación: el polímero se alimenta directamente en una tolva, ubicada en la parte superior de la extrusora, excluyendo la humedad. Una vez dentro de la extrusora, el polímero se funde y se mezcla adecuadamente, para posteriormente ser trasladado por acción del tornillo sin fin que se encuentra dentro de la extrusora, y ser llevado hasta el dado donde al pasar, tomará forma de fibras (Geus, 2016).

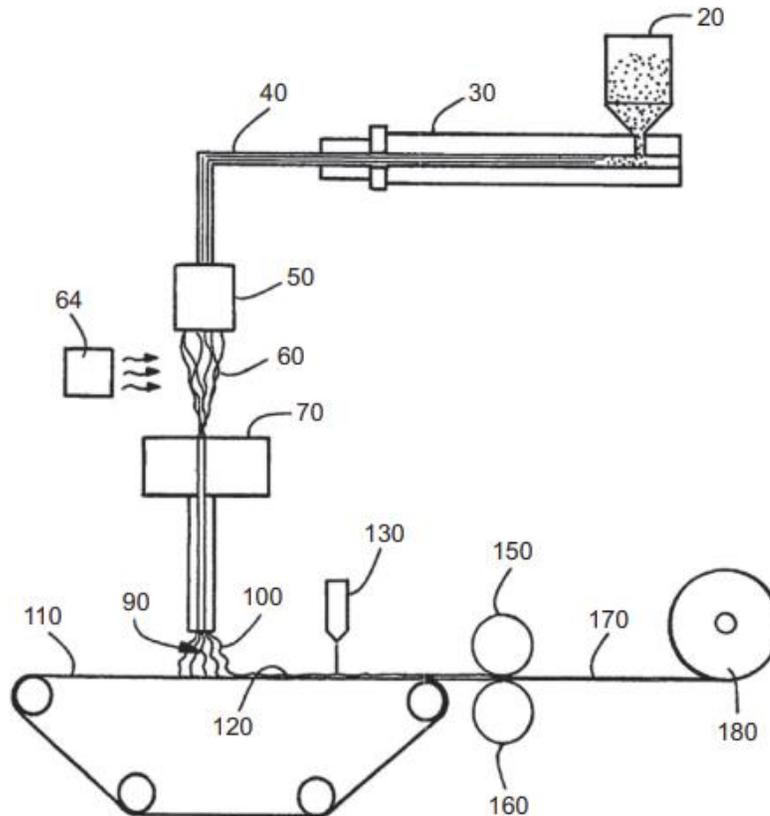


Figura 2. Esquema representativo del proceso Spunbond EP 1563132, Kimberly-Clark.

El polímero más utilizado en los procesos de spunbond es el polipropileno (PP), debido a su bajo costo y a la relativa facilidad con la que se pueden formar fibras flexibles y porosas que permiten, al añadir algunos aditivos, fabricar no tejidos transpirables, antiestáticos y con alta capacidad de barrera. Sin embargo, al ser una resina sintética es un material no renovable, no biodegradable y, por lo tanto, altamente contaminante, razón por la cual resulta imprescindible el desarrollo de nuevas resinas que puedan cumplir con las características estructurales necesarias y además permitan mitigar la contaminación causada ya sea a través de características biodegradables o altamente estables para introducirse en una economía circular.

4.2.2 Meltblown

El proceso de soplado por fusión o meltblown (nombre en inglés), como se muestra en la Figura 3, es un proceso simple, versátil y de un solo paso para convertir materias primas poliméricas en telas no tejidas, incluye cinco componentes que son la extrusora, la bomba dosificadora, el ensamblaje de la matriz, la formación de la red y el bobinado. El polímero en forma de pellets se alimenta por gravedad desde la tolva hasta la extrusora en una determinada tasa de alimentación. La extrusora suministra la masa fundida a la bomba dosificadora. La bomba dosificadora proporciona el suministro de polímero fundido a un de manera uniforme y constante. El ensamblaje del dado se puede considerar como la parte más importante del sistema, ya que es responsable de la calidad de las fibras producidas al proporcionar un flujo y un tiempo de residencia uniformes en todo el ancho. El dado consiste en una punta que puede tener diferente diseño y colectores de aire. Un colector de aire proporciona corrientes de aire con diferentes temperaturas que alcanzan típicamente el 50%–80% de la velocidad del sonido. El polímero fundido se extruye a través de pequeños orificios (del dado), en corrientes convergentes de aire caliente, la fuerza de arrastre del aire provoca un rápido

alargamiento de la fusión en una fibra fina con un diámetro pequeño, las corrientes de aire, que normalmente tienen la misma temperatura que el polímero fundido, también ayudan a transportar las fibras al colector. Debido a la transferencia de calor y la mezcla con el aire circundante, la temperatura del aire disminuye exponencialmente entre la matriz y el colector, lo que conduce a la solidificación de la fibra. El colector recoge las corrientes de filamentos atenuados, lo que conduce a la formación de una tela no tejida con una red de fibras casi aleatoria, al final, la tela no tejida se enrolla en un paquete cilíndrico para facilitar su manipulación posterior (Drabek & Zatloukal, 2019).

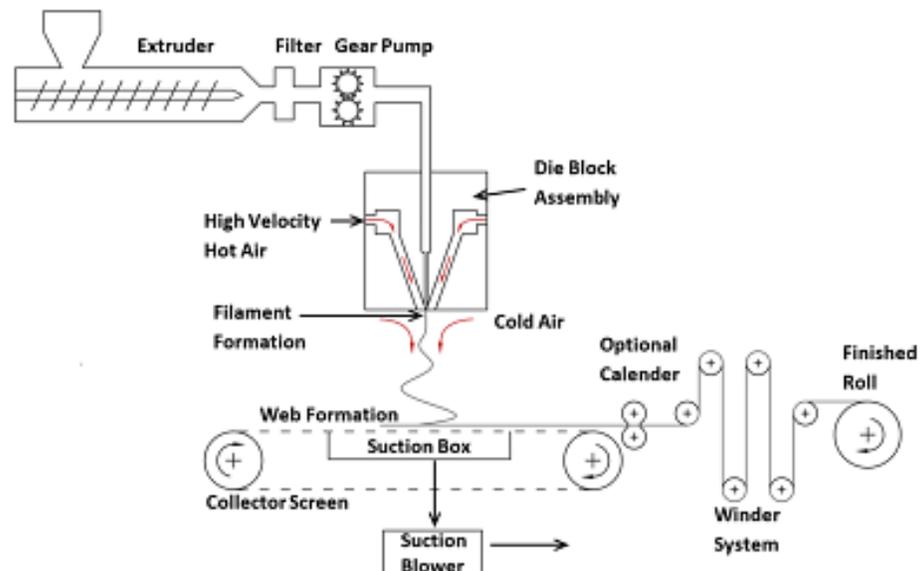


Figura 3. Esquema del proceso Meltblown. (Drabek & Zatloukal, 2019)

Debido al gran volumen de filamentos individuales producidos por procesos Spunbond y Meltblown, existen muchos problemas potenciales e interferencias en el proceso. En su mayoría, estas interferencias se muestran como gotas de diferentes tamaños y, por lo general, estas gotas se crean como puntos similares a una película en la red. Las gotas creadas en el no tejido no son aceptables ya que crean perturbaciones durante el proceso de fabricación, razón por la que la

búsqueda de nuevos materiales u optimización de parámetros está limitada, pues implicaría costosas investigaciones y probables averías en la maquinaria, así como una pérdida de alrededor de 1000 a 7000 fibras por metro de ancho de línea producidas y velocidades de filamento superiores a 5000 m/min en el caso del poliéster (Geus, 2016). Por lo tanto, es necesario realizar investigación previa desde procesos de fabricación alternativos, que permitan disminuir costos operativos, establecer parámetros y desarrollar conocimiento sobre características, comportamiento y desempeño del material previo a escalar en procesos sofisticados como Spunbond y Meltblown. De esta forma, se propone el proceso de electrohilado como método alternativo para la novedosa fabricación de no tejidos de poli (ácido láctico) y quitosano, cuyas propiedades individuales prometen un composito biodegradable/compostable y antimicrobiano, como potencial reemplazo de resinas sintéticas no biodegradables como el polipropileno, en aplicaciones de no tejidos.

4.3 Método alternativo: Electrohilado

En los últimos años el método de electrohilado se ha propuesto como un candidato ideal para la fabricación de telas no tejidas a baja escala (C.R. Reshmi, 2021), ya que permite obtener fibras por medio de estiramiento coaxial de una solución viscoelástica con características variables según variables de proceso establecidas, como flexibilidad en la superficie o rigidez, alta porosidad o porosidad controlada, poros interconectados o rendimiento mecánico superior. Estas características permiten que los materiales fabricados por electrohilado puedan ser utilizados en una amplia variedad de aplicaciones, entre las que destacan: ingeniería de tejidos, textiles, elementos para sanar heridas, medios de filtración, aplicaciones médicas, implantes dentales, sistemas de liberación de fármacos, injertos, etc.

El proceso de electrohilado consiste en hacer fluir soluciones de polímero a través de campos eléctricos elevados. Se basa en aplicar fuerzas eléctricas que superen las fuerzas de la tensión superficial de la solución de polímero cargado, de la cual se forman hilos finos de solución que son expulsados desde el capilar hasta el plato colector, posteriormente el hilo se mueve en la dirección del campo eléctrico, alargándose de acuerdo con las fuerzas externas e internas. El disolvente se evapora y las fibras se depositan al azar en un sustrato (Chew et. al. 2006). Las fibras depositadas formarán el no tejido.

La estructura típica de la técnica de electrohilado (Figura 4), se compone de un capilar a través del cual será expulsado el polímero en solución, una fuente de alto voltaje y dos electrodos que deberán ser conectados 1) al capilar de salida de la solución y 2) al plato colector.

Para iniciar con el proceso de formación de no tejido a través de la técnica de electrohilado, es necesario que el polímero base se encuentre diluido en un disolvente que permita su dilución completa. Una vez producido un campo eléctrico se genera un arreglo de dipolos eléctricos microscópicos compuestos por cargas positivas y negativas, y debido a la naturaleza dieléctrica de los polímeros, se mantendrán estables por acción de fuerzas atómicas y moleculares y cambiarán su posición como respuesta a campos eléctricos externos fuertes, elongando la solución en el proceso. Una vez que se tiene el polímero en solución, se aplica alto voltaje causando una acumulación de cargas y promoviendo la formación de una gota en la punta del capilar, a medida que la intensidad del campo eléctrico incrementa, la gota se alarga para crear un “cono de Taylor”. La fuerza del campo eléctrico supera entonces las fuerzas de cohesión de la solución, en la mayoría de los casos dominada por la tensión superficial y la solución de polímero es atraída desde el capilar hacia el colector; la fracción de solución polimérica se alarga debido a las interacciones electrostáticas entre las cargas cercanas a los segmentos de la misma fracción, mientras que el disolvente se evapora. Finalmente, las fibras se solidifican sobre el plato colector. (Cruz, 2016)

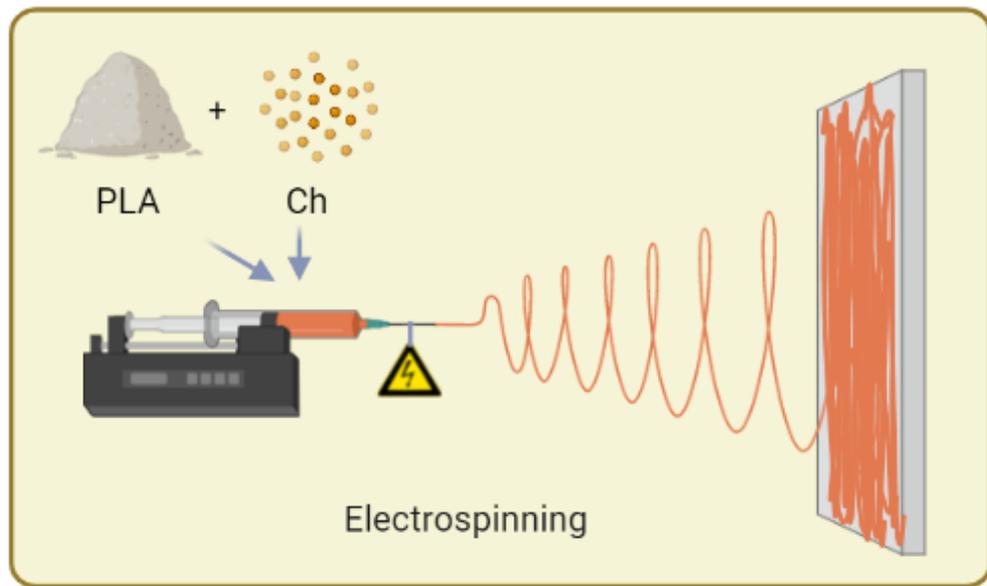


Figura 4. Esquema de la técnica de electrohilado.

4.4 Poli (ácido láctico)

El Poli (ácido láctico) (PLA) es un polímero termoplástico, con una buena plasticidad térmica y alta resistencia, que puede ser sintetizado por recursos renovables (Farah, G. Anderson, & Langer, 2016), al ser un plástico biodegradable es considerado con gran potencial para reemplazar a los polímeros convencionales (Arteaga-Ballesteros, 2020).

El ácido láctico (ácido 2-hidroxipropiónico) es el monómero que integra al PLA, se produce a partir de un proceso de fermentación o síntesis química (Jamshidian, Arabe de Elmira, Imran, & Jacquot, 2010), es una molécula quiral que cuenta con dos enantiómeros L (+) y D (-) (Figura 5) producidos por dos tipos de bacterias (homofermentativas y heterofermentativas). También, existen estereoisómeros, como poli (L-lactida) (PLLA), poli (D-lactida) (PDLA) y poli (DL-lactida) (PDLLA) (Farah, G. Anderson, & Langer, 2016)

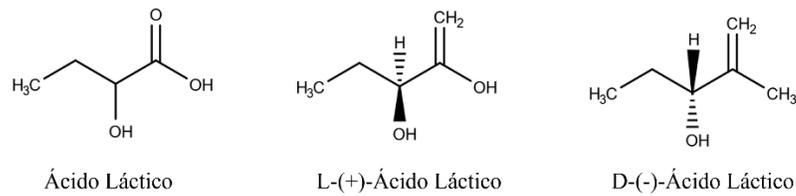


Figura 5. Estructura del PLA y enantiómeros L (+) y D (-) (Farah, G. Anderson, & Langer, 2016).

Anteriormente, el PLA solo se podía producir con un bajo peso molecular, por un proceso de condensación que consistía en el calentamiento del monómero al vacío durante la eliminación del agua condensada (Arteaga-Ballesteros, 2020). Actualmente, existen diferentes procesos de polimerización, que incluyen policondensación, polimerización por apertura de anillo, deshidratación, deshidratación azeotrópica y polimerización enzimática (Figura 6) (Farah, G. Anderson, & Langer, 2016).

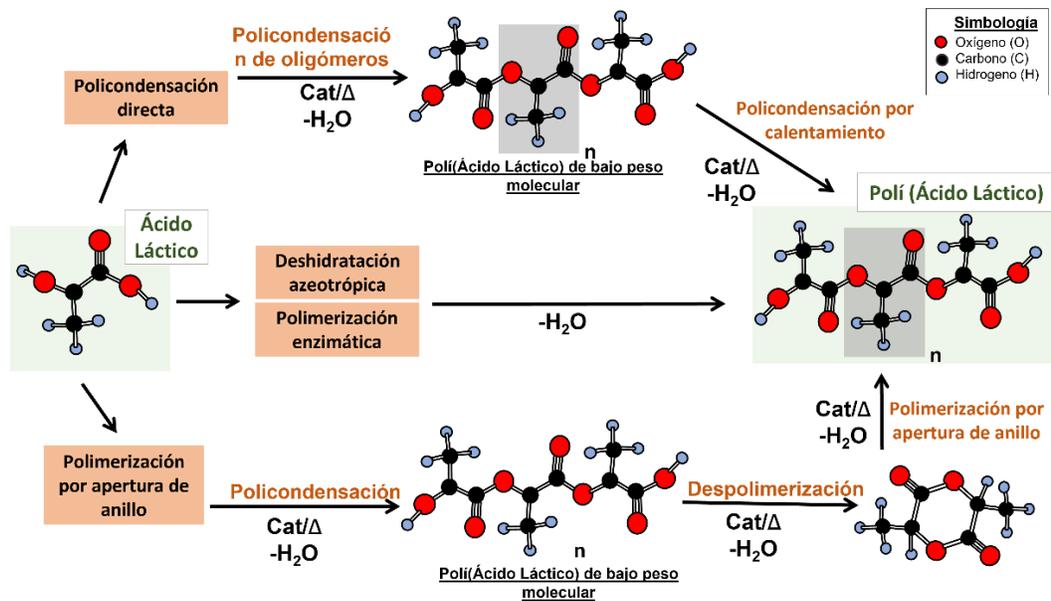


Figura 6. Diferentes procesos de polimerización del Poli (ácido láctico) (Farah, G. Anderson, & Langer, 2016).

4.4.1 Propiedades físicas y químicas

El estudio de algunas de las características del polímero ayuda a definir el comportamiento ante estímulos externos como la luz, el calor, el ambiente, entre otras. Por lo que es muy importante realizar diferentes análisis para definir algunas de sus propiedades químicas y físicas (Zweifel, 1998).

Las propiedades del PLA dependen de los isómeros que lo integran, la temperatura de procesamiento, tiempo de calentamiento y peso molecular. Cuando el PLA contiene PLLA en porcentaje mayor a 90 % tiende a ser cristalino, mientras que en un porcentaje menor es definido como amorfo. La cristalinidad en un polímero es importante porque define sus propiedades incluyendo dureza, módulo, resistencia a la tracción, rigidez, pliegue, puntos de fusión, entre otras. Es importante resaltar la inexistencia de un polímero completamente cristalino (policristalino), normalmente los polímeros tienen una región cristalina y otra amorfa, cuando tienen una mayor cantidad de dominios cristalinos se les denomina polímeros semicristalinos (Farah, G. Anderson, & Langer, 2016).

Cuando el polímero se encuentra a la temperatura de transición vítrea permanece inmóvil. Por otro lado, la temperatura de fusión (T_m) hace referencia a un mayor movimiento de las cadenas poliméricas hasta llegar a un punto donde las propiedades mecánicas se reducen a cero. Por esta razón al procesar el material polimérico se deberá hacer a valores significativamente más altos, de esta manera también aumenta la viscosidad y es más sencilla la manipulación del material. El PLA tiene un dominio de estructuras amorfas por lo que por encima de la T_g el PLA tiene un comportamiento gomoso hasta convertirse en un fluido viscoso con el aumento de la temperatura. Mientras que, por debajo de la T_g , el PLA se comporta como un vidrio, cuando llega a una temperatura de -45 se comporta como un polímero frágil. Por esta razón las temperaturas para procesar al PLA deberán ser entre 190°C y 250°C , considerando que a temperaturas mayores a 250°C se podrían generar alcoholes primarios de cadena simple.

Por otro lado, el PLA se puede solubilizar en dioxano, acetonitrilo, cloroformo, cloruro de metileno 1,1,2-tricloroetano y ácido dicloroacético, pero no es soluble en agua, alcoholes o hexano (Farah, G. Anderson, & Langer, 2016).

4.4.2 Degradación del PLA

La distribución del peso molecular de un material polimérico influye en las propiedades como su degradación, resistencia mecánica y solubilidad.

La degradación de un polímero ocurre cuando este se encuentra en un ambiente con una energía comparable a la energía de enlace de los elementos que constituyen al plástico, resultando en reacciones en cadena que descomponen el polímero (Castellón Castro, Tejeda López, & Tejeda Benítez, 2016)

El PLA al ser un polímero biodegradable puede degradarse hasta formar compuestos como dióxido de carbono (CO_2) y agua (H_2O) mediante la acción microbiana. Se ha reportado que existen cuatro mecanismos de acción para la degradación del PLA: hidrolítico, fotodegradativo, microbiano y enzimático (Zaaba & Jaafar, 2020).

Los mecanismos mencionados provocan cambios irreversibles que limitan las propiedades. Los materiales al estar expuestos a las diferentes condiciones ambientales pueden provocar una degradación natural por hidrólisis de los enlaces éster. Cuando se tiene una combinación de humedad, oxígeno y microorganismos naturales, el PLA puede descomponerse en agua, dióxido de carbono y una pequeña cantidad de material no tóxico. El tiempo que tarde en degradarse dependerá de otros factores, como lo son: la temperatura de hidrólisis, el pH, el tiempo de exposición, el oxígeno presente y la proporción de isómeros con los que cuenta el material (Zaaba & Jaafar, 2020).

4.4.2.1 Fotodegradación

Durante el proceso de fotodegradación, la molécula absorbe fotones, esto ocurre a longitudes de onda provenientes de la radiación ultravioleta. Puede ocurrir en dos diferentes vías, directa o indirectamente, la primera es ocasionada cuando la molécula absorbe directamente la radiación y se generan radicales mediante la fotoexcitación., mientras que la fotodegradación indirecta se produce cuando la degradación de las moléculas es iniciada por radicales libres que se formaron durante la fotodescomposición de compuestos de bajo peso molecular.

Aunado a esto, existen otros factores que se encargan de causar la fotodegradación, como lo es la presencia de impurezas internas (hidroperóxido, carbonilo, enlaces saturados, etc.) que se pueden formar durante el procesamiento y almacenamiento de la polimerización. Además de impurezas externas (residuos de solventes, aditivos, metales u óxidos, etc.) (Hernández García, Mayo 2019).

El mecanismo de fotodegradación se puede observar en la Figura 7, donde una vez que los fotones entran a la conformación del polímero inician las reacciones de fotoionización (Norish Tipo I), posteriormente comienzan las reacciones de escisión del polímero (Norish Tipo II). También pueden producirse reacciones de reticulación o procesos oxidativos. La exposición a la irradiación UV transforma al PLA en un sólido blanco y quebradizo lo cual puede llevar a interferir en la asimilación a partir de microorganismos (Jeong Jeon & Nam Kim, 2013).

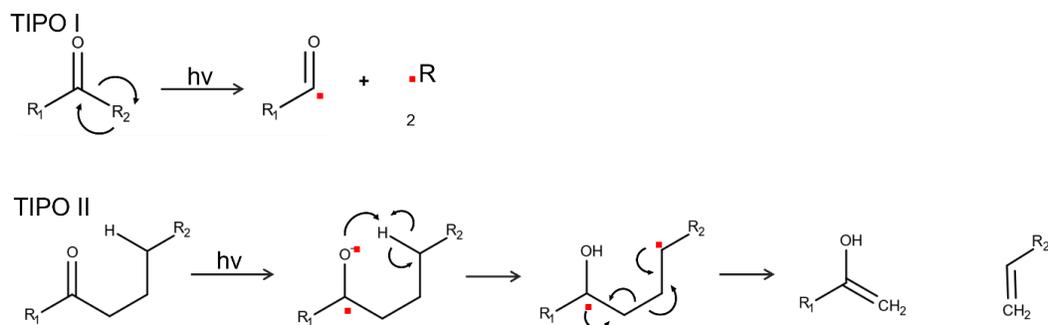


Figura 7. Reacciones de generación de radicales libres a partir del mecanismo de Norish Tipo I y Tipo 2 (Jeong Jeon & Nam Kim, 2013).

4.4.2.2 Biodegradación

Se denomina biodegradación al proceso de conversión del material polimérico mediante microorganismos a formas menos tóxicas o más útiles. Para llevar a cabo el proceso de degradación a partir de microorganismos es necesario que el PLA de alto peso molecular pase por un proceso de hidrólisis. Durante la degradación del polímero los microorganismos excretan depolimerasas extracelulares para iniciar la descomposición del PLA (Figura 8). Durante el proceso, los enlaces del grupo éster del PLA son atacados por las depolimerasas, produciendo oligómeros, dímeros y monómeros. Dicho proceso es estimulado a partir de diferentes inductores, como lo son: la gelatina, la elastina, la fibroína de seda y algunos aminoácidos y péptidos. La formación de dióxido de carbono (CO_2) y agua (H_2O) se lleva a cabo a partir de enzimas como proteínasa, lipasa, esterasa y alcalasa (Zaaba & Jaafar, 2020).

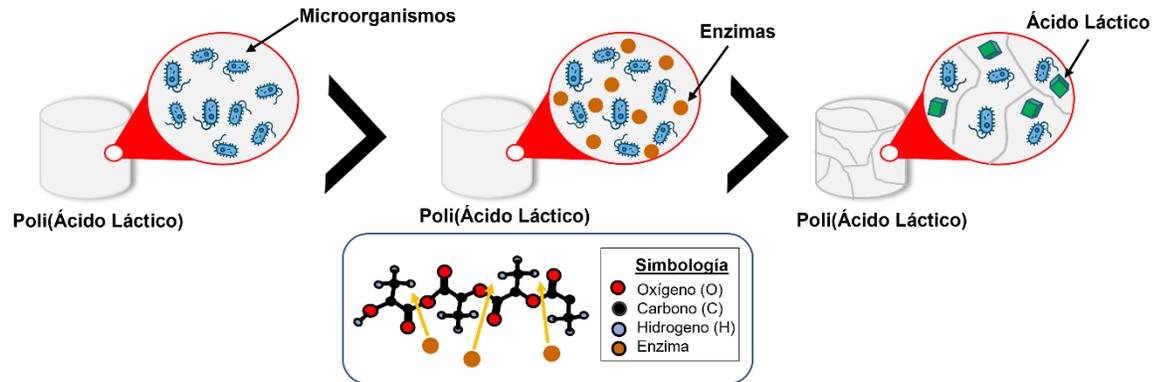


Figura 8. Proceso de degradación de un polímero a partir de microorganismos (Zaaba & Jaafar, 2020).

Uno de los principales inconvenientes de este proceso de descomposición es que el PLA tarda más tiempo en degradarse en comparación con otros materiales biodegradables. Además, los factores como el pH, la humedad, la cantidad de carbono, nitrógeno y los microorganismos que componen el suelo son

determinantes para la velocidad en la que se degradará el material (Rodrigues, Tofanello, & Nantes, 2015).

Para alcanzar valores altos de degradación se debe considerar el pH, la temperatura, la estereoquímica de la cadena y la cristalinidad del material. Una vez que las bacterias inician con el proceso de degradación las enzimas se adhieren y se propagan en la superficie del PLA de tal manera que pueden llevar a cabo reacciones de hidrólisis en la estructura a partir de la ruptura de enlaces éster y produciendo oligómeros y monómeros de ácido láctico (Zweifel, 1998).

4.5 Quitosano

El quitosano (Q) es un polímero de origen natural de aminopolisacáridos proveniente de la quitina, el segundo polisacárido más abundante en la naturaleza, justo después de la celulosa, cuyo origen es el exoesqueleto de artrópodos (insectos, crustáceos y hongos).

El quitosano es uno de los más importantes biopolímeros empleados para producir materiales funcionales para diversas aplicaciones, ya que al ser policatiónico puede interactuar con diversas moléculas. (Ibrahim, 2015).

4.5.1 Estructura química

La estructura química del quitosano (Figura 9) está compuesta tanto por 2-amino-2-desoxi-D-glucopiranososa como por 2-acetamido-2-desoxi-D-glucopiranososa ligados por β (1,4) (Ibrahim, 2015). Podemos destacar que los grupos hidroxilo y amino pueden ser modificados para adecuar sus propiedades fisicoquímicas según su uso.

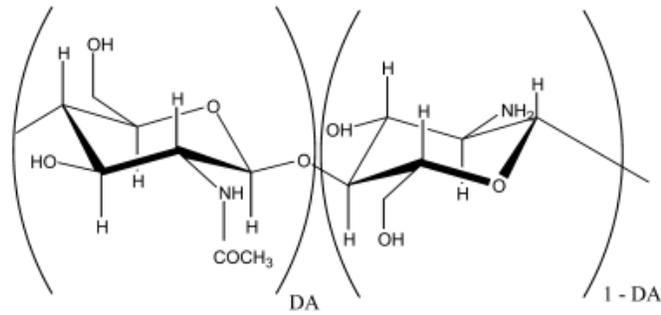


Figura 9. Estructura química del quitosano. DA es el grado de acetilación (por sus siglas en inglés) (Tolaimate, 2003).

Sus moléculas están organizadas de forma altamente ordenada cuando el quitosano se encuentra en su estado sólido. Existen dos tipos de polimorfos cristalinos de quitosano, el primero es en su forma hidratada y el segundo es en estado anhidro, este último se puede obtener mediante tratamiento térmico del primero (Lizardi-Mendoza, 2016)

4.5.2 Grado de acetilación

El grado de acetilación nos indica la proporción de grupos acetilados que contiene en su estructura química. En el caso del quitosano provoca que sea policatiónico en medios ácidos esto por los grupos amino ionizables, lo que permite su interacción con otras moléculas y su capacidad para formar soluciones (Lizardi-Mendoza, 2016).

De manera matemática, el grado de acetilación DA (por sus siglas en inglés) está definido por la ecuación:

$$DA = 100 - DD \quad \text{Ec. 1}$$

Donde, DD (grado de desacetilación) es calculado por la siguiente formula:

$$DD = 100 \times \frac{n_{GlcN}}{n_{GlcN} + n_{GlcNAc}} \quad \text{Ec. 2}$$

Donde, n_{GlcN} es el promedio de unidades de D-glucosamida y n_{GlcNAc} es el promedio de unidades de N-acetilglucosamina (Thomas, 2020).

4.5.3 Capacidad estructural

La capacidad estructural del quitosano está influenciada por su origen, la quitina. Las formas que puede tomar el quitosano, ya sea por sí solo o en conjunto con otras moléculas (compuestos orgánicos e inorgánicos) son capsulas (Xiaoyu L., 2022), partículas (Li Z. W., 2020) (Dos Santos, 2019), películas (Gozdecka, 2018) (Hui-Qiang Z., 2022), geles (Congwei L., 2022), estructuras porosas, láminas (Wang, 2012) y fibras (Shuting Zhuang, 2022).

V. MATERIALES, MÉTODOS Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

En este capítulo se describen los diferentes materiales utilizados en este trabajo, así como los métodos de preparación de los composites y las técnicas requeridas para su caracterización.

5.1 Materiales

En la Tabla 5.1-1 se presenta una descripción de los materiales utilizados e información del proveedor.

Tabla 5.1-1. Materiales utilizados

Material	Proveedor	Descripción
Poli (ácido láctico) (PLA)	NatureWorks	Índice de Fluidez = 18 g/10 min
Quitosano	ALZOR Biotechnologies	Grado de desacetilación > 90% Malla 80
Cloroformo	MACRON	Pureza > 99 %

5.2 Parámetros de electrohilado

Para fabricar prototipos de no tejidos por electrohilado, se estudió el impacto de algunas variables y se establecieron parámetros óptimos que permitieron obtener

muestras compuestas por fibras, evitando la formación de películas o estructuras híbridas entre película y fibra.

En la Tabla 5.2-2 se presentan algunas variables del electrohilado con sus respectivas características o defectos observados, adicionalmente, en valores óptimos se presentan los valores utilizados para el desarrollo de los compositos del presente proyecto.

Tabla 5.2-1 Variables de electrohilado y valores óptimos para la formación de no tejidos PLA/Q.

Parámetro	Condiciones	Característica que aporta	Valor óptimo
Concentración de la solución de polímero $7 \leq 15 \leq 20$	Alto	Dificulta el paso de la solución a través del capilar.	15 %w/v
	Bajo	Las fibras se rompen en gotas antes de llegar al colector. Riesgo de formar películas en lugar de fibras.	
Voltaje $10 \leq 15 \leq 20$	Muy alto	Fibras gruesas y/o adelgazamientos (beads) no controlados.	15 kV
	Bajo	Campo eléctrico insuficiente para atraer la solución al colector	
	Bajo	Poco tiempo para la evaporación del solvente. Riesgo de formar películas en lugar de fibras.	

Tabla 5.2-2. Variables de electrohilado y valores óptimos para la formación de no tejidos PLA/Q. Continuación.

Flujo de salida $1 \leq 3 \leq 5$	Alto	Fibras más gruesas y beads de mayor tamaño	3 mL/h
	Bajo	Evaporación excesiva de solvente e incapacidad de formar fibras	
Distancia aguja-colector $10 \leq 14 \leq 17$	Alto	Las fibras pueden romperse debido a su propio peso. A mayor distancia, las fibras se estiran más y pueden ser más delgadas.	13- 15 cm
	Bajo	Poco tiempo para la evaporación del solvente. Riesgo de formar películas en lugar de fibras.	

5.3 Obtención de soluciones

Para obtener las soluciones utilizadas en el proceso de electrohilado, se disolvió al 10 y al 15 %w/v la mezcla de PLA con quitosano al 0, 1, 3, 5 y 10 % w/w, el solvente utilizado fue cloroformo. Con tiempos de disolución de 1) 4 horas sin agitación y a temperatura ambiente, y 2) 8 horas sin agitación y a temperatura ambiente, una vez transcurrido el tiempo, se verificó que la solución tuviera una concentración del 10 y 15 % v/w, de no ser así, se ajustó con cloroformo.

5.4 Elaboración de no tejidos por electrohilado

Para evaluar el capilar óptimo de las fibras se utilizaron dos jeringas de alimentación, la primera de 1 mL de volumen y tamaño de capilar denominado comercialmente como 30G x 13 mm y la segunda de 3 mL@22G x 32 mm, y fueron llenadas con la solución PLA/Q, posteriormente se realizó el montaje del equipo según el esquema anteriormente mostrado (Figura 4). Una vez preparado el ensayo, se establecieron parámetros para conseguir la formación de fibras uniformes y un flujo constante que evite el corte de fibras depositadas.

En la Tabla 5.4.1 se presenta el número total de muestras fabricadas.

Tabla 5.4-1. Identificación de muestras fabricadas por electrohilado.

Capilar: 30G x 13 mm		
Quitosano (Q) (%)	Concentración del polímero en la solución (%w/v)	ID de muestra
1	10	Q1-10wv-13
3		Q3-10wv-13
5		Q5-10wv-13
10		Q10-10wv-13
1	15	Q1-15wv-13
3		Q3-15wv-13
5		Q5-15wv-13
10		Q10-15wv-13

Tabla 5.4-1. Identificación de muestras fabricadas por electrohilado. Continuación.

Capilar: 22G x 32 mm		
Quitosano (Q) (%)	Concentración del polímero en la solución (%w/v)	ID de muestra
1	10	Q1-10wv-32
3		Q3-10wv-32
5		Q5-10wv-32
10		Q10-10wv-32
1	15	Q1-15wv-32
3		Q3-15wv-32
5		Q5-15wv-32
10		Q10-15wv-32

5.5 Caracterización de no tejidos

5.5.1 Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)

Es una técnica espectroscópica de análisis químico cualitativo que proporciona información a partir de las vibraciones de los enlaces y evidencia de los grupos funcionales presentes. Debido a que la energía infrarroja es absorbida parcialmente por los grupos superficiales del material provocando que las moléculas vibren de diferentes maneras tales como: vibraciones por tensión que son estiramientos asimétricos y simétricos, vibraciones por flexión las cuales se conforma por movimientos en forma de tijera, balanceo, aleteo y torsión dentro de un intervalo de

número de onda de los 400 a 4000 cm^{-1} . Con esta técnica se evaluará la interacción química entre las materias primas.

El análisis de caracterización se realizó con espectrómetro IR Perkin Elmer® (Spectrum Two FT-IR), en un rango de 400 a 4000 cm^{-1} y resolución de 13 barridos. Debido a la presentación física de la muestra, se utilizó acoplamiento de Reflectancia Total Atenuada (ATR) para realizar el análisis en la superficie de la muestra, con profundidad de incidencia de 20 nm.

5.5.2 Análisis Termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico es una técnica que mide la masa de una muestra ya sea isotérmicamente o mientras se calienta (o enfría) en una atmósfera definida. Se emplea principalmente para el análisis cuantitativo de productos. Una curva TGA típica muestra los pasos de pérdida de masa relacionados con la pérdida de componentes volátiles (humedad, solventes, monómeros), descomposición del polímero y residuos finales (ceniza, cargas). Con esta técnica se evaluará la estabilidad térmica del sistema.

El análisis de caracterización se realizó con equipo TA Instrument ® Q500, en atmósfera de nitrógeno (20 psi), en un rango de 30 a 600 °C y velocidad de escaneo de 10 °C/min.

5.5.3 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

El análisis por calorimetría diferencial es una técnica utilizada para las transiciones térmicas. En DSC la muestra requiere una determinada energía para sufrir una transición térmica; cambios que tienen lugar en un polímero cuando se calienta, por ejemplo, la fusión y la transición vítrea.

El análisis de caracterización se realizó con calorímetro PerkinElmer® DSC 8500, bajo atmósfera de nitrógeno. Rango de temperatura de -60 a 190 °C, con velocidad de 10 °C/min.

5.5.4 Difracción de Rayos X (XRD)

Los rayos X son una forma de radiación electromagnética de elevada energía y pequeña longitud de onda. Cuando los rayos X inciden en un material sólido, parte de este haz se dispersa en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los átomos o iones que encuentran en el trayecto, el resto del haz puede dar lugar al fenómeno de difracción de rayos X, que tiene lugar si existe una disposición ordenada de átomos. La difracción de rayos X en muestras policristalinas permite abordar la identificación de fases cristalinas.

El análisis se realizó con Difractómetro de Rayos X marca Panalytical, modelo X'Pert PRO, en rango $2\theta = 0$ a 50° , con tiempo de 15 minutos.

5.5.5 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

El Microscopio electrónico de barrido emplea un haz de electrones para formar una imagen ampliada de la superficie de un objeto, lo que permitirá la realizar la observación y caracterización morfológica superficial de las fibras de no tejido.

Para determinar la morfología de los no tejidos, se utilizó el microscopio electrónico de barrido Quanta FEG 250 operado a 20 kV. Previamente se recubrió cada muestra con una capa de oro a través de sputtering a 20 kV, para proveer conductividad. Se obtuvieron micrografías con magnificación de 100, 500, 1000 y 5000 X.

5.5.6 Microscopía Estereoscópica

El microscopio estereoscópico es un microscopio óptico diseñado para la observación de una imagen en tres dimensiones. Al ser compuesto por dos ejes ópticos generalmente con un ángulo pequeño entre ellos, el objeto se refleja de forma independiente para cada ojo conservando el efecto estereoscópico, lo que permite discriminar la altura del objeto. (R, 2019).

Se utilizó un microscopio estereoscópico Inskam® model 315, con resolución de 15X.

5.5.7 Índice de Fluidez (ASTM D1238)

La medición del índice de fluidez utiliza para caracterizar un polímero en estado fundido y como un medio simple y rápido de control de calidad. Se basa en una medición de un solo punto utilizando condiciones de prueba estándar específicas para cada clase de polímero en una extrusora de tipo pistón o plastómetro de extrusión. El procedimiento estándar se describe en la prueba ASTM D1238. Durante la prueba, una muestra se calienta en el barril del plastómetro por medio de resistencias térmicas y se extruye desde un dado cilíndrico corto usando un pistón accionado por peso. El peso del polímero en gramos extruido durante las pruebas de 10 minutos es el índice de fluidez (MFI).

Para realizar este análisis, se prepararon soluciones etiquetadas de acuerdo con el contenido de quitosano dentro de la matriz de PLA, solubilizadas con cloroformo. Una vez evaporado el solvente, las muestras sólidas se cortaron en trozos para simular tamaños de pellets y asegurar homogeneidad, posteriormente se alimentaron por medio de la tolva del plastómetro y se realizó el test a temperatura de 190 °C, utilizando un peso estándar de 2.16 kg, con base en la norma ASTM D1238.

5.5.8 Fotodegradación

La cámara QUV simula las condiciones que son más dañinas para los productos de uso a la intemperie, al exponer los materiales a ciclos alternados de luz ultravioleta y humedad al tiempo que controla altas temperaturas. Las lámparas fluorescentes de luz ultravioleta simulan únicamente la luz ultravioleta de onda corta del espectro de la luz solar, que es responsable de la mayor parte de la fotodegradación.

Los compositos de tela no tejida se sometieron a fotodegradación en una cámara de envejecimiento acelerado marca QUV Q-Panel, lámpara UV-A 340 nm, nivel de Irradiación de 0.89 W/m²/nm, temperatura de 60 °C y tiempo de exposición total de 1200 horas.

5.5.9 Compostabilidad (ASTM D5338)

La compostabilidad es la capacidad de un material orgánico de transformarse en compost mediante el proceso de compostaje. Este proceso aprovecha la biodegradabilidad de los materiales orgánicos iniciales para transformarlos en un producto final que toma el nombre de compost. La norma ASTM D5338 determina el grado y la tasa de biodegradación aeróbica de los materiales plásticos al exponerlos a un ambiente de compostaje controlado en condiciones de laboratorio, a temperaturas termófilas. Este método de prueba está diseñado para producir resultados de prueba reproducibles y repetibles bajo condiciones controladas que se asemejan a las condiciones de compostaje, donde se alcanzan temperaturas termófilas. El compostaje aeróbico se lleva a cabo en un ambiente donde la temperatura, la aireación y la humedad son monitoreadas y controladas de cerca.

La metodología para determinar la biodegradación por composta de los materiales no tejidos se basa en la norma ASTM D5338, realizada con tierra preparada para jardín; con contenido de sólidos secos de 16.5 ± 0.5 % y humedad ajustada a 50 % con agua

destilada, contenido de cenizas del $85 \pm 0.8 \%$, relación de C/N de 25-35, sin presencia de agua estancada ni grumos. Cada composito de tela no tejida se cortó a un tamaño de 1x1 cm y se depositó dentro de un matraz Erlenmeyer conteniendo tierra preparada de jardín con las características descritas anteriormente. El matraz permaneció en incubación a $55 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 20, 30 y 45 días, con agitación cada 36 h aprox. Las muestras se recuperaron por medio de tamizado. Se midió el área de muestra remanente por medio de software Image J® para determinar el grado de biodegradación por composta.

5.5.10 Actividad Antimicrobiana (AATCC 147)

El método AATCC 147, comúnmente conocido como el método Parallel Streak, está diseñado para evaluar cualitativamente la actividad antibacteriana de agentes antimicrobianos difundibles en materiales textiles tratados. En otras palabras, prueba la capacidad del textil tratado para inhibir el crecimiento de microorganismos, para ser bacteriostático. La prueba se realizó utilizando bacterias Gram positivas (*Staphylococcus aureus*) y Gram- negativas (*Escherichia coli*). Las muestras se esterilizaron en una solución con etanol al 70% v/v por 1 minuto para ser colocadas asépticamente en el centro de la placa Petri con agar. El medio de crecimiento sólido es eosina azul de metileno (EMB) y agar manitol para *E. coli* y *S. aureus*, respectivamente. Las placas de Petri se inocularon utilizando un hisopo estéril con los microorganismos. Las placas inoculadas se dejaron reposar y se secaron durante 15 min con la tapa cerrada, posteriormente se incubaron en un horno a $37 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 24 h. Finalmente, se midieron las zonas de inhibición (halo) de cada sistema bajo una campana de flujo laminar. Los ensayos se realizaron por triplicado, se toman los valores medios del diámetro de la zona de inhibición.

VI. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 Efecto de la concentración del polímero en solución

Una de las variables más importantes a controlar para la realización de los composites de tela no tejida es la concentración del polímero PLA/Q en solución, ya que modifica la reología de las mezclas y esto podría influir en las características finales del no tejido. Se estudió su efecto en concentraciones de 10 y 15 % en peso (w/v), donde las soluciones al 10 %w/v tienen una viscosidad menor que al 15 %w/v. La morfología superficial de las muestras obtenidas se observó a través de microscopía estereoscópica, los resultados se muestran en la Figura 6.1-1 Columnas A y C, donde se determina que los composites fabricados con una solución al 10 % de concentración de polímero en la solución no forman estructuras fibrosas, esto puede deberse a la deficiente evaporación del solvente: al depositar una nueva fibra en la formación de la red de no tejido, el solvente no se evapora completamente durante el trayecto entre la punta del capilar y el colector ocasionando que la fibra previamente depositada se solubilice nuevamente y forme junto con la nueva fibra, una película. Esto significa que a concentraciones menores del polímero en solución es posible fabricar películas o recubrimientos a través de electrohilado, sin embargo, para la correcta formación de no tejidos, es necesario contar con una solución de viscosidad adecuada para asegurar la completa evaporación del solvente y la formación de una red fibrosa propia de un no tejido. La concentración óptima seleccionada es de 15 % w/v, una concentración mayor dificulta la formación del cono de Taylor y causa un rompimiento del hilado antes de depositarse sobre el colector y una concentración menor favorece la formación de películas o membranas.

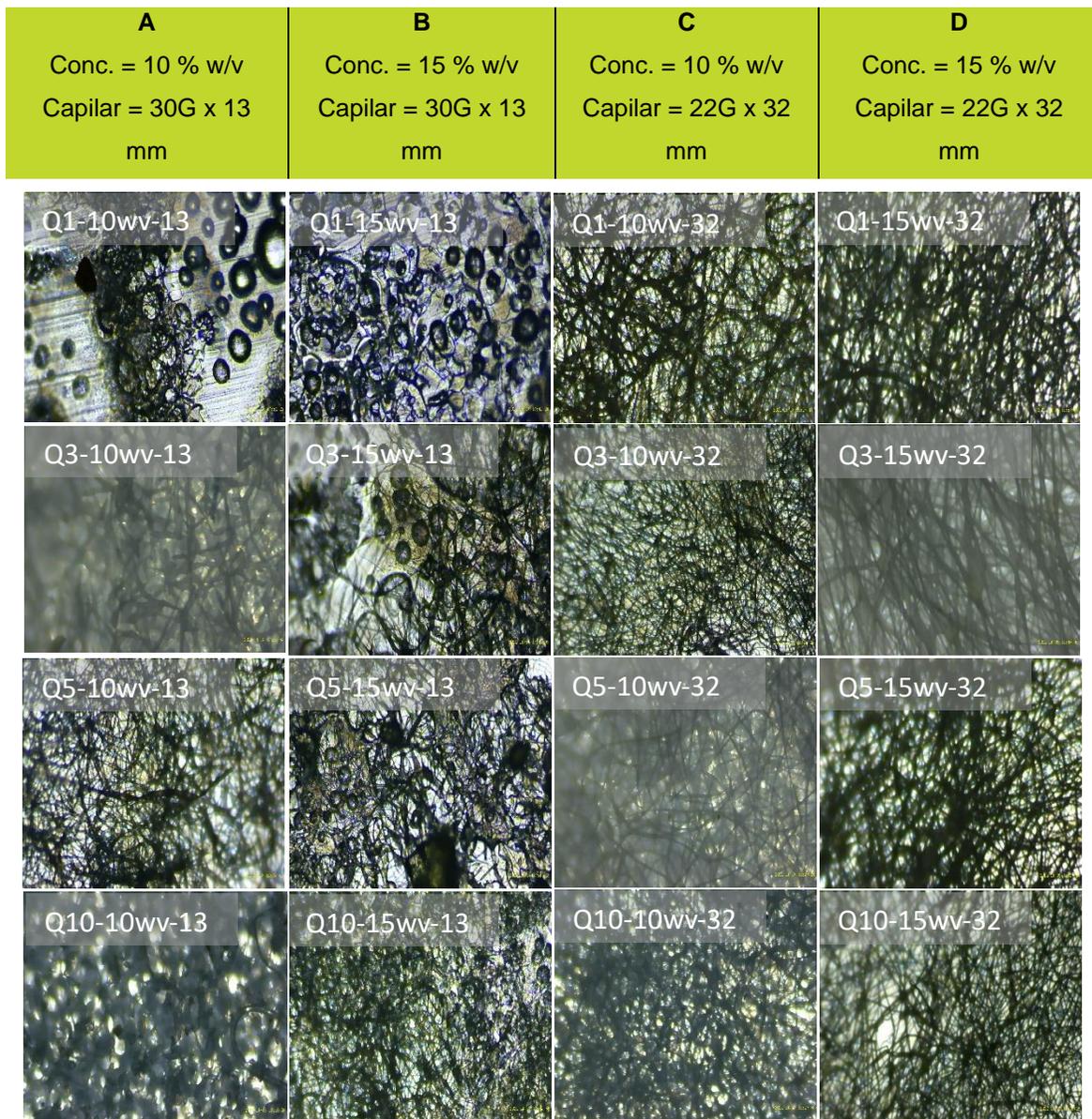


Figura 10. Morfología superficial de tela no tejida fabricada por electrohilado. Columnas A y C fabricadas con polímero en solución al 10 % w/v, columnas B y D al 15 %. Columnas A y B: fabricadas con capilar 30G x 13 mm, columnas C y D con capilar 22G x 32 mm.

6.2 Efecto del capilar de alimentación

Para establecer el tamaño óptimo del capilar de alimentación, se fabricaron composites de tela no tejida PLA/Q, con capilares comerciales de tamaños 30G x 13

mm y 22G x 32 mm (menor y mayor diámetro, respectivamente). En la Figura 10 Columnas A y B se muestran microscopías representativas. Por un lado, se evaluó el capilar de menor diámetro, resultado ineficiente para el proceso debido a la aglomeración de partículas de quitosano dentro del capilar y con el cual se obtuvieron fibras delgadas depositadas de forma errática en la red no tejida. Por otro lado, la red de no tejido formado con el capilar de mayor tamaño se observa con una mejor distribución y tamaños uniformes.

Debido a la importancia industrial que representa la formación de un prototipo de tela no tejida con red de distribución uniforme, se comparó el denier (unidad de medida del Sistema Inglés de la densidad lineal de masa de fibras, se define como la masa en gramos por cada 9,000 metros de fibra), de los diferentes composites contra el denier de una muestra de tela no tejida comercial de polipropileno fabricada por Spunbond utilizada como referencia. Se midió el diámetro de las fibras por medio del software Image J®, y se utilizó la referencia de conversión 1 denier = 10 μm . Los resultados se presentan en la Figura 11; el diámetro menor (capilar 30G x 13 mm) permite fabricar fibras delgadas, sin embargo, debido a la presencia de partículas de quitosano el capilar se obstruye fácilmente, dificultando la formación de no tejidos de denier uniforme. Por otro lado, el capilar 22G x 32 mm permitió mejorar la distribución de partículas de quitosano en la red, así como la obtención un no tejido de denier uniforme y procesabilidad por electrohilado aceptable.

De acuerdo con lo anterior, se determina que la concentración del polímero en la solución y el tamaño del capilar utilizado son parámetros muy importantes para fabricar no tejidos con apariencia similar al comercial. La mejor relación de concentración de polímero en solución y tamaño de capilar se observa en la Figura 11 d), con condiciones de concentración del polímero PLA/Q en la solución del 15 %w/v y jeringas comerciales con capilar 22G x 32 mm, cuyo denier obtenido para las diferentes relaciones de concentración de quitosano en PLA es similar al denier de la referencia comercial.

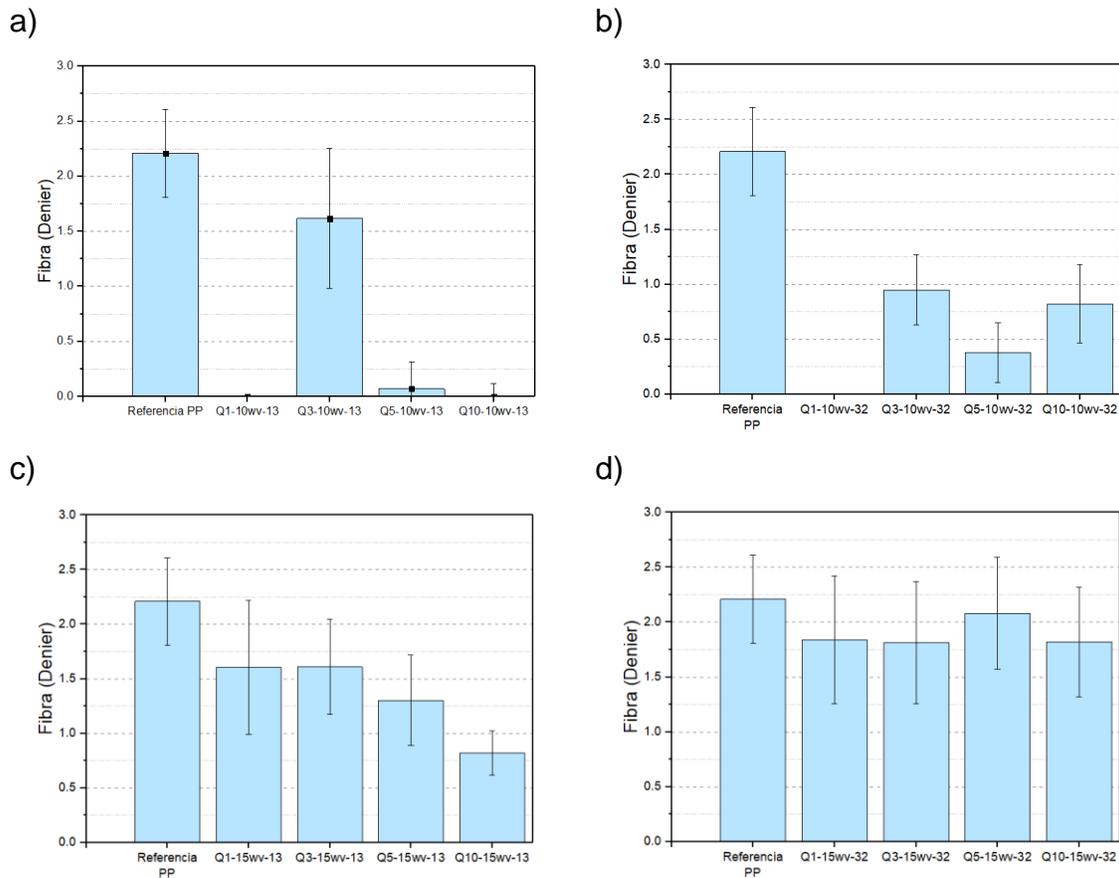


Figura 11. Distribución de denier de fibra a) Polímero en solución al 10 % y capilar 30G x 13 mm, b) Polímero en solución al 10 % y capilar 22G x 32 mm, c) Polímero en solución al 15 % y capilar 30G x 13 mm, d) Polímero en solución al 15 % y capilar 22G x 32 mm.

6.3 Efecto del tiempo de disolución del polímero

Durante el desarrollo del presente proyecto, se observó que a diferentes tiempos de disolución de la mezcla PLA/Q, el comportamiento reológico de las soluciones se veía afectado; en tiempos de 4 h sin agitación a temperatura ambiente, la viscosidad de la muestra permitía la correcta formación del cono de Taylor y favorecía que la evaporación del solvente se llevara a cabo de forma constante, mientras que en el caso de las soluciones preparadas en tiempos de 8 h sin agitación a temperatura ambiente, la concentración del polímero en la solución se veía afectada

ya que el cloroformo se evaporaba excesivamente haciendo necesario el añadir más solvente para obtener una viscosidad adecuada para el proceso de electrohilado.

De acuerdo con lo anterior, se evaluó el índice de fluidez (MFI) de las mezclas una vez evaporado el 100 % de solvente para determinar la influencia en la viscosidad; un índice de fluidez mayor indica una viscosidad menor, mientras que la disminución del índice de fluidez es característica de mayor viscosidad de las muestras.

En la Figura 12 se presenta el gráfico del índice de fluidez de las soluciones con tiempo de disolución de 4 h. Por un lado, el MFI promedio del composito Q1-15wv-32 cuya concentración de quitosano es del 1 %, es equivalente al MFI promedio del PLA puro, esto significa que esta concentración no es suficiente para modificar la reología del polímero base. Se observa que una mayor concentración de quitosano (al 3 y al 5 %) provoca la disminución del MFI, esto podría ser causado por el incremento de partículas de quitosano que dificultan la fluidez de la resina. Este comportamiento se ve contradicho por la muestra Q10-15wv-32 cuyo MFI promedio aumenta ligeramente, probablemente debido a una deficiente dispersión del quitosano. La tendencia general observada de disminución de MFI conforme se añade mayor cantidad de quitosano podría relacionarse con la disminución de viscosidad al añadir aumentar concentración de partículas o aglomerados de quitosano.

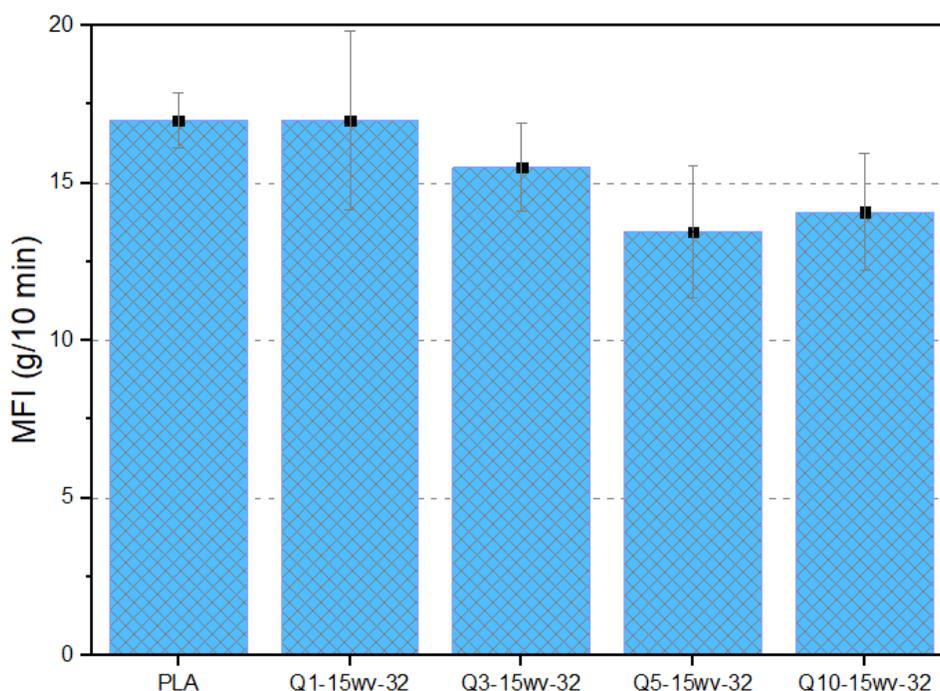


Figura 12. Gráfico de valores de MFI de las soluciones bajo condiciones de disolución de 4 h a temperatura ambiente.

Posteriormente, se evaluó el MFI de las muestras PLA y Q10-15wv-32 preparadas con 8 h de disolución a temperatura ambiente, sin agitación y con ajuste de concentración al 15 %w/v, se compara con las muestras preparadas con 4 h de disolución a temperatura ambiente, sin agitación. El resultado se presenta en el gráfico de la Figura 13. Se observa que la muestra de PLA 8h tiene un MFI menor, significa que la viscosidad de la muestra es mayor, esto puede estar relacionado con el ordenamiento de la estructura cristalina; en un menor tiempo de disolución las cadenas poliméricas formadas tienen probablemente menor orden que las cadenas poliméricas que se forman en condiciones de mayor tiempo de evaporación del solvente y mayor tiempo de cristalización debido al ajuste de volumen.

Por otro lado, en el caso del compuesto Q10-15wv-32, la muestra 8h tiene un índice de fluidez mayor en comparación con la muestra 4h y también incrementa con respecto al índice de fluidez del PLA bajo las mismas condiciones. Esto puede tener explicación debido al comportamiento referido en literatura donde mencionan al quitosano como agente nucleante. Los agentes nucleantes son compuestos que pueden añadirse a un

termoplástico para introducir uno o más sitios de nucleación para la cristalización del polímero, es decir, promueven la cristalización del polímero. El quitosano como probable agente nucleante, favorecido con el efecto del disolvente, puede estar promoviendo la cristalización del PLA en condiciones de mayor tiempo de disolución y ajuste de volumen.

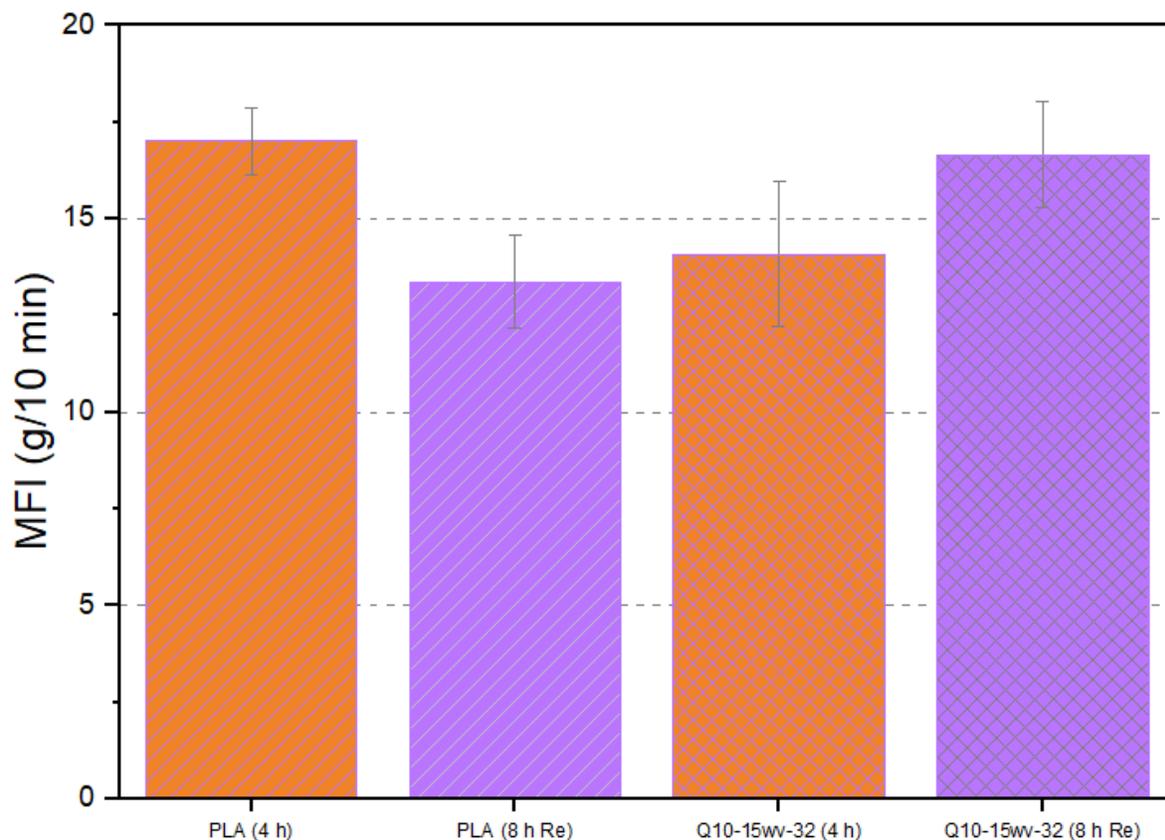


Figura 13. Índice de fluidez evaluado para PLA puro y solución Q10-15wv-32. Comparación de tiempo de disolución de 4 y 8 h.

Para evaluar el posible comportamiento como agente nucleante por parte del quitosano en matriz de poli (ácido láctico), se realizó análisis por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), en la Figura 14 se observa cómo la muestra Q10-15wv-32 con tiempo de disolución de 4 h desarrolla dos endotermas de fusión (153.5 y 159.6 °C), de la misma forma que la materia prima PLA (endotermas de fusión en 152.7 y

159.4 °C), sin embargo, la altura de las endotermas se ve modificada, esto significa que en la estructura semicristalina del polímero matriz existe un ligero reacomodo. De acuerdo con la literatura, estas dos endotermas de fusión están relacionadas con la existencia de cristales ordenados del tipo α y cristales desordenados del tipo α' (Li F.-J. Z.-D.-Z.-Z., 2015).

Por otro lado, la muestra Q10-15wv-32 perteneciente a condiciones de 8 h de disolución y ajuste de volumen (8 h AV), desarrolla una sola endoterma de fusión en 157.6 °C, lo anterior puede deberse al efecto nucleante del quitosano sobre el PLA, cuya promoción de cristalización resulta en un solo tipo de cristalito, de acuerdo con la literatura, este comportamiento de fusión se debe a la disminución de cristales más delgados e imperfectos recristalizados por fusión durante el calentamiento (Li F.-J. Z.-D.-Z.-Z., 2015). Aunado a lo anterior, en esta muestra la temperatura de cristalización en frío (T_{cc}) también se ve modificada, sufre una disminución del área bajo la curva, además de un desplazamiento hacia temperaturas mayores. Este comportamiento observado para ambos casos es asociado nuevamente al efecto nucleante que tiene el quitosano sobre el PLA bajo estas condiciones, ya que necesita una menor cantidad de energía (es necesario un menor enfriamiento), para comenzar con el proceso de cristalización. Resulta evidente que un mayor tiempo de solubilización y ajuste de volumen promueven el efecto nucleante del quitosano que por sí mismo ya muestra. Finalmente, se observa que en ningún caso se modifica la T_g , temperatura por la que, debajo de ella, las cadenas del polímero quedan bloqueadas en conformaciones prácticamente fijas, restando únicamente una movilidad reducida que afecta a los eslabones cortos de la cadena principal, lo que significa que la adición de quitosano no está modificando la rigidez de la cadena ni el grado de entrecruzamiento.

Aunque el quitosano puede promover la nucleación, las condiciones para promover este comportamiento no son adecuadas para el presente proyecto ya que significaría un mayor tiempo de preparación de soluciones y un gasto mayor de disolvente, disminuyendo la eficiencia del proceso propuesto. Además, es probable que las cadenas poliméricas formadas durante la nucleación tengan un menor peso molecular en comparación con la estructura cristalizada de los compositos fabricados con

tiempos de disolución de 4 h, lo que podría significar una modificación no controlada de propiedades mecánicas y reológicas.

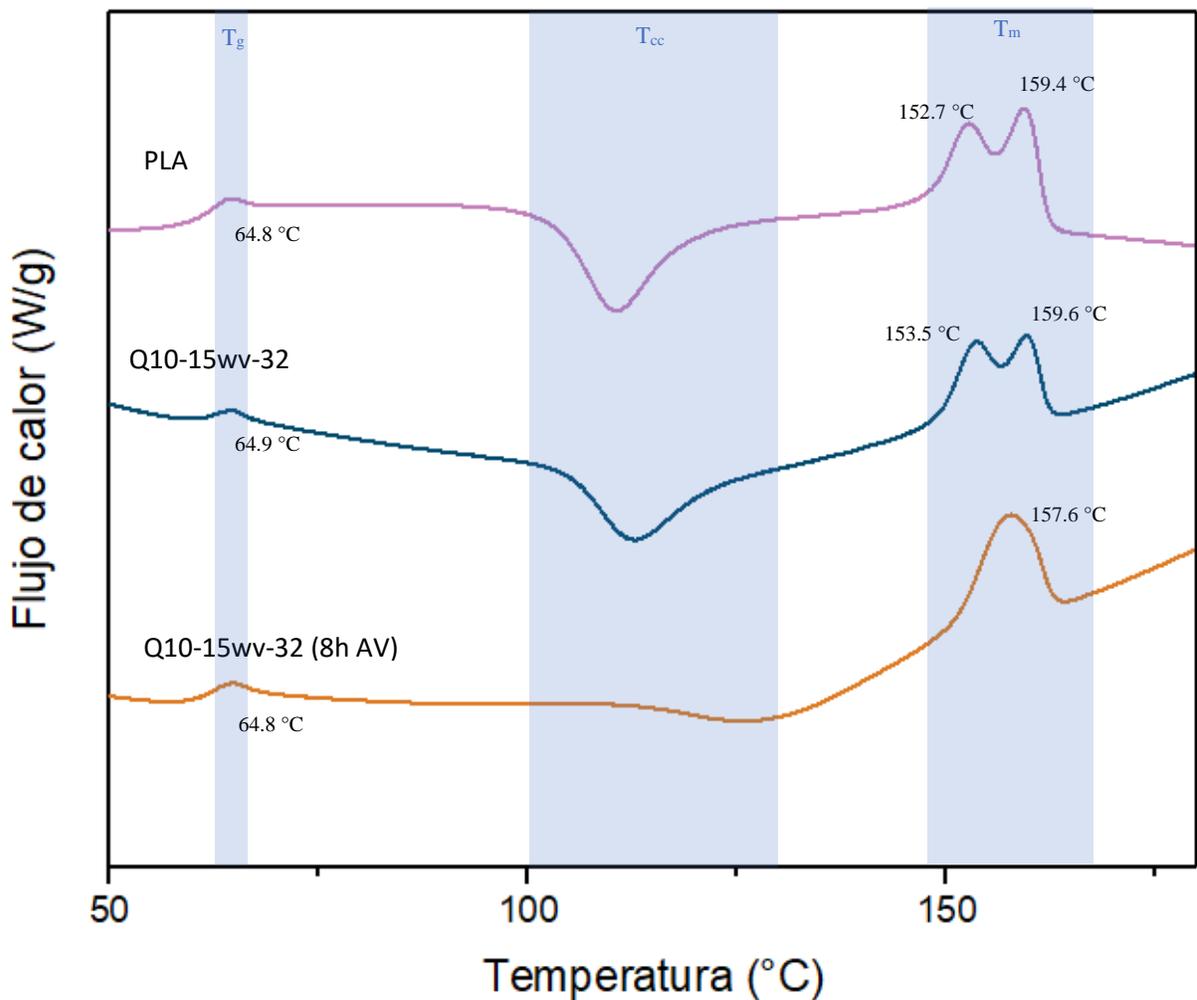


Figura 14. Termogramas de PLA (línea morada), y composito Q10-15wv-32 en condiciones de disolución de 4 h (línea azul) y redisolución de 8 h (línea naranja).

Derivado de los resultados anteriores, los siguientes análisis y resultados se harán únicamente a las muestras obtenidas con la relación óptima de concentración de polímero en la solución, capilar adecuado y tiempo de disolución seleccionado, esto es, al 15 % w/v, capilar comercial 22G x 32 mm y tiempo de disolución de 4 h,

denominadas Q1-15wv-32, Q3-15wv-32, Q5-15wv-32 y Q10-15wv-32, de acuerdo con el contenido de quitosano respectivo.

6.4 Caracterización química (FTIR)

En la Figura 15 se presentan los espectros de infrarrojo del quitosano y PLA puros, así como de los diferentes no tejidos obtenidos. Para el caso del quitosano, se presenta el enlace O-H, localizado como una banda ancha e intensa en el intervalo de 3200-3400 cm^{-1} . Así mismo, una señal débil a los 2866 cm^{-1} es asociada a enlaces de C-H. Por otro lado, bandas características de la amida primaria (Amina I), se encuentra en el intervalo de los 1640-1655 cm^{-1} y en el espectro se presenta en 1658 cm^{-1} . Mientras que la amida secundaria (Amina II), se localiza en 1586 cm^{-1} , las amidas terciarias (Amina III) presentan desplazamientos entre los 1300-1230 cm^{-1} , en el espectro se observa una señal pequeña a los 1320 cm^{-1} . El enlace C-O-C se encuentra en el intervalo de 1000-1300 cm^{-1} en la literatura, mientras que en el espectro lo podemos encontrar en 1021 cm^{-1} . Finalmente, el enlace de la amina primaria que se encuentra en el intervalo de 3500- 3400 cm^{-1} , en el espectro se encuentra solapado dentro de la banda del enlace O-H (Yaowen Liu, 2018).

Por otro lado, de acuerdo con análisis químico del poli (ácido láctico), se detecta la banda del enlace C-H en 2957 cm^{-1} , el enlace C=O se observa como una señal fuerte e intensa en los 1714 cm^{-1} , mientras que el estiramiento del C-O del grupo éster aparece en 1225 cm^{-1} , el enlace C-O-C asimétrico se encuentra entre los 1180 y 1750 cm^{-1} , y acorde a la literatura también se presenta en 1197 cm^{-1} como una señal intensa (K. Hamad, 2015).

En cuanto a los diferentes no tejidos fabricados, se observa la huella química característica del polímero base; PLA, sin embargo, probablemente debido a la baja concentración y a la dispersión del quitosano, no se observan bandas características del mismo. Es importante mencionar que no se observa aumento en la intensidad de la banda ubicada en 1586 cm^{-1} relacionada con aminas secundarias, esto sugiere que

no se está llevando a cabo ninguna reacción química de amidación entre el quitosano y el PLA sugerida en literatura como interacción entre ambos (Jesús Manuel Quiroz-Castillo, 2014).

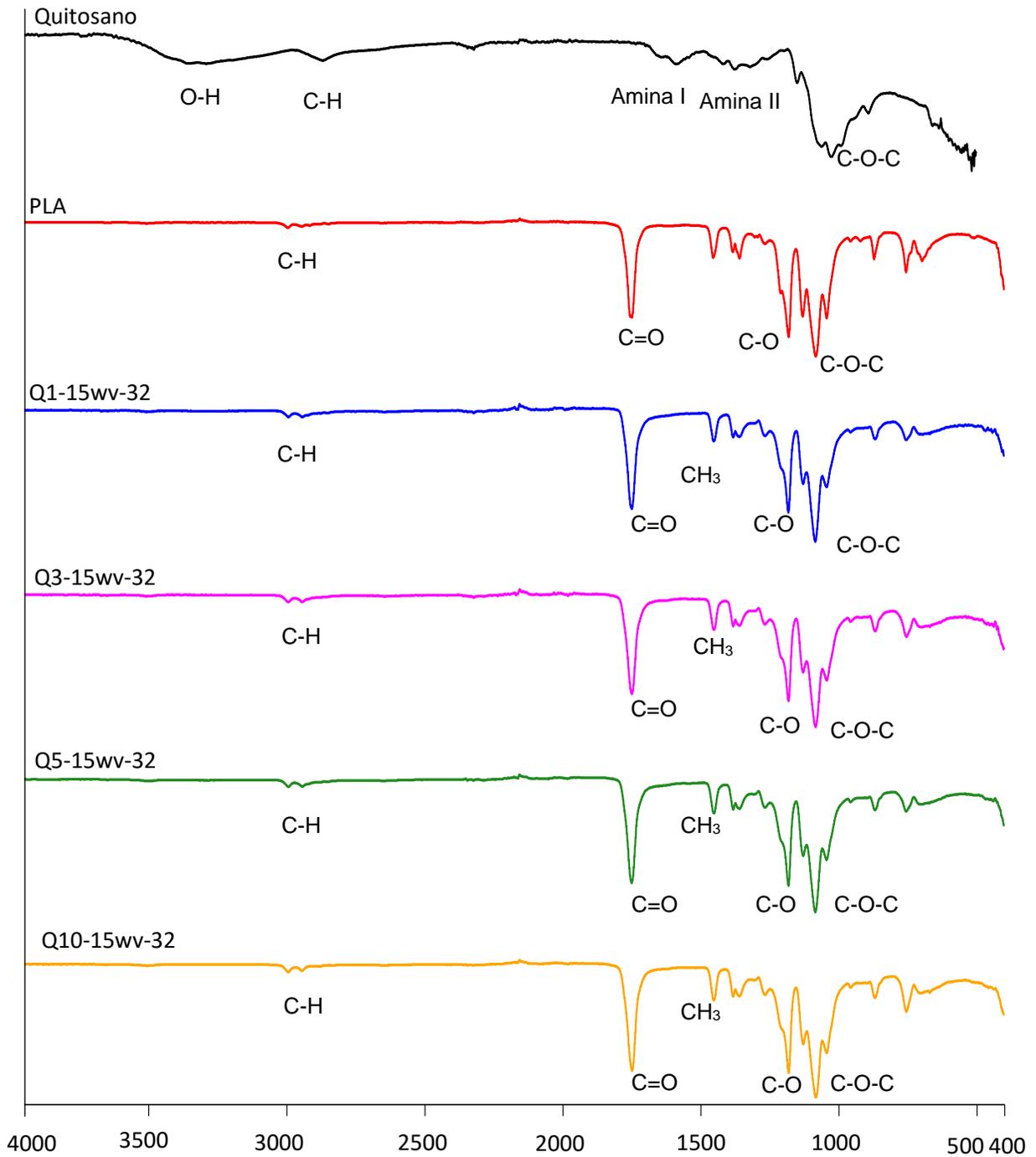


Figura 15. Espectros de infrarrojo de quitosano y PLA puros, así como de los diferentes no tejidos fabricados por electrohilo (concentración de quitosano de 1, 3, 5 y 10 %w/w).

6.5 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

El estudio de las transiciones térmicas de los no tejidos se realizó por calorimetría diferencial de barrido, en la Figura 16 se presentan las trazas de calentamiento desde la cristalización no isotérmica. Se observa que la T_g de los compositos no tejidos no se ve afectada, esto significa que, por un lado, la movilidad de las cadenas de polímero no se modifica, es decir, no es necesario un requerimiento energético mayor para que las cadenas del polímero se muevan y de esta forma, no hay pérdida de las propiedades mecánicas de los materiales y, por otro lado, no se ve modificado el entrecruzamiento de las cadenas.

En cuanto a la temperatura de cristalización en frío T_{cc} , la cual es el rango de temperatura entre la T_g y la T_m en la que ocurre el desencadenamiento molecular del crecimiento del núcleo y reordenamiento imperfecto del cristal, se observa que en materiales con concentraciones de 5 y 10 % w/w de quitosano se desplaza ligeramente hacia temperaturas mayores, lo que puede deberse a que el quitosano sigue actuando como agente nucleante aunque este comportamiento es menor a los discutidos anteriormente (ver 6.6 Efecto del tiempo de disolución del polímero). Finalmente, de nueva cuenta se observa un ligero desplazamiento en temperaturas de fusión T_{m1} y T_{m2} , cuya área bajo la curva se modifica hasta igualarse, tomando un comportamiento de doble fusión, esto puede ser explicado porque el quitosano promueve la formación de un cristalito de mayor orden identificado en literatura como α ; como se explicó anteriormente, la transformación de α' a α está relacionada con la disminución de recristalización por fusión de cristales más delgados o imperfectos durante el calentamiento. Además del efecto del quitosano como agente nucleante, lo anterior también se puede deber a un posible aumento en la cantidad de orden unidireccional desarrollado durante la formación de las fibras.

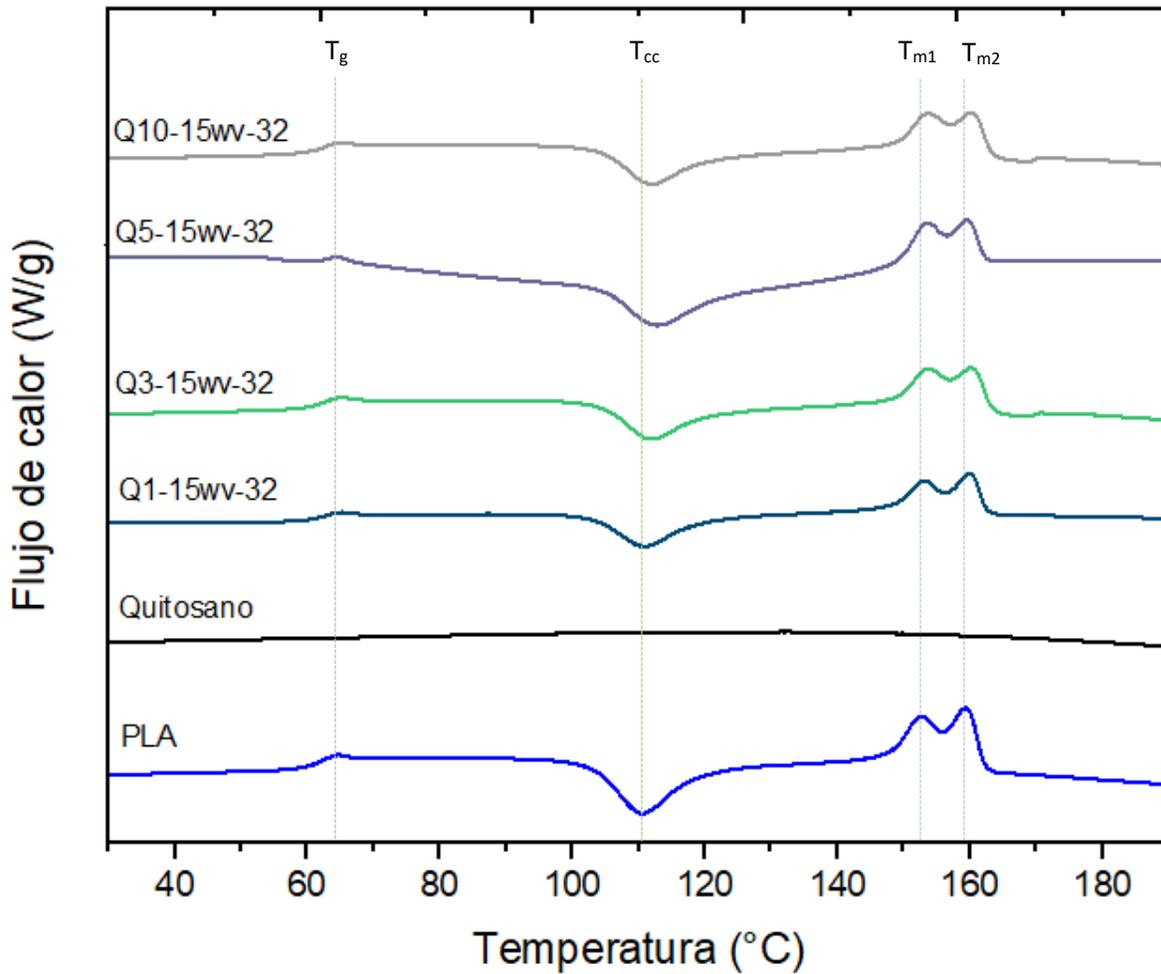


Figura 16. Termograma de PLA, quitosano y compuestos no tejidos obtenido por DSC, velocidad de calentamiento de 5 °C/min.

6.6 Difracción de Rayos X

Los difractogramas del PLA, quitosano y compositos de tela no tejida presentados en la Figura 17 indican que el plano de reflexión (220) característico del quitosano se presenta en los compositos con concentraciones mayores al 3 %, en estas mismas muestras es posible detectar que la estructura amorfa del PLA sufre una modificación (área sombreada). Se destaca que, a mayor concentración de quitosano, la

cristalinidad del composito aumenta, esto debido a que disminuye el área de la zona amorfa significando que la reestructuración da lugar a una nueva organización cristalina. De acuerdo con literatura, el nuevo plano de reflexión observado en 17° pertenece al plano (200/110) característico de PLA semicristalino lo cual implica la formación de formas más ordenadas de cristalitas tipo α y α' , por otro lado, en 18.7° aumenta la intensidad de un pico observado principalmente en el composito Q10-15wv-32, también es atribuido al aumento de cristalinidad y es representado por el plano (203), característico de cristalitas α y α' del PLA, como ya se observó por medio de análisis térmico por DSC (Chengbo Zhou, 2016).

En 22.1° también es posible observar el aumento de intensidad de un pico, este es referido al plano (210) y se presenta únicamente en la forma α , lo que implica que el ordenamiento estructural del PLA aumenta gradualmente y se forman más fases α a partir de la fase α' estirada y/o directamente de la fase amorfa, aunque la fase α' todavía existe.

La forma α del PLA es una estructura pseudoortorrómbica en la que cada celda unitaria contiene dos cadenas helicoidales 10_3 , identificada por De Santis and Kovacs (P. De Santis and A. J. Kovacs, 1968), de acuerdo con literatura, esta forma puede obtenerse mediante cristalización isotérmica por encima de 120°C o por estiramiento de solución hilada a bajas temperaturas, esto último toma relevancia debido a que fue el método utilizado para la fabricación de los compositos, con esto queda demostrado que efectivamente, el proceso de obtención de no tejidos modifica la estructura cristalina del polímero base (PLA), sin embargo, esto se observó únicamente con concentraciones de quitosano mayores al 3 %, por lo que podría tratarse de un efecto sinérgico entre el efecto nucleante del quitosano y el proceso de fabricación del material.

De acuerdo con literatura, una implicación en las propiedades de los no tejidos relacionada con la relación de contenido de las formas α y α' es que a mayor contenido de la forma α mejorará el módulo de Young y la barrera al vapor de agua (Chengbo Zhou, 2016).

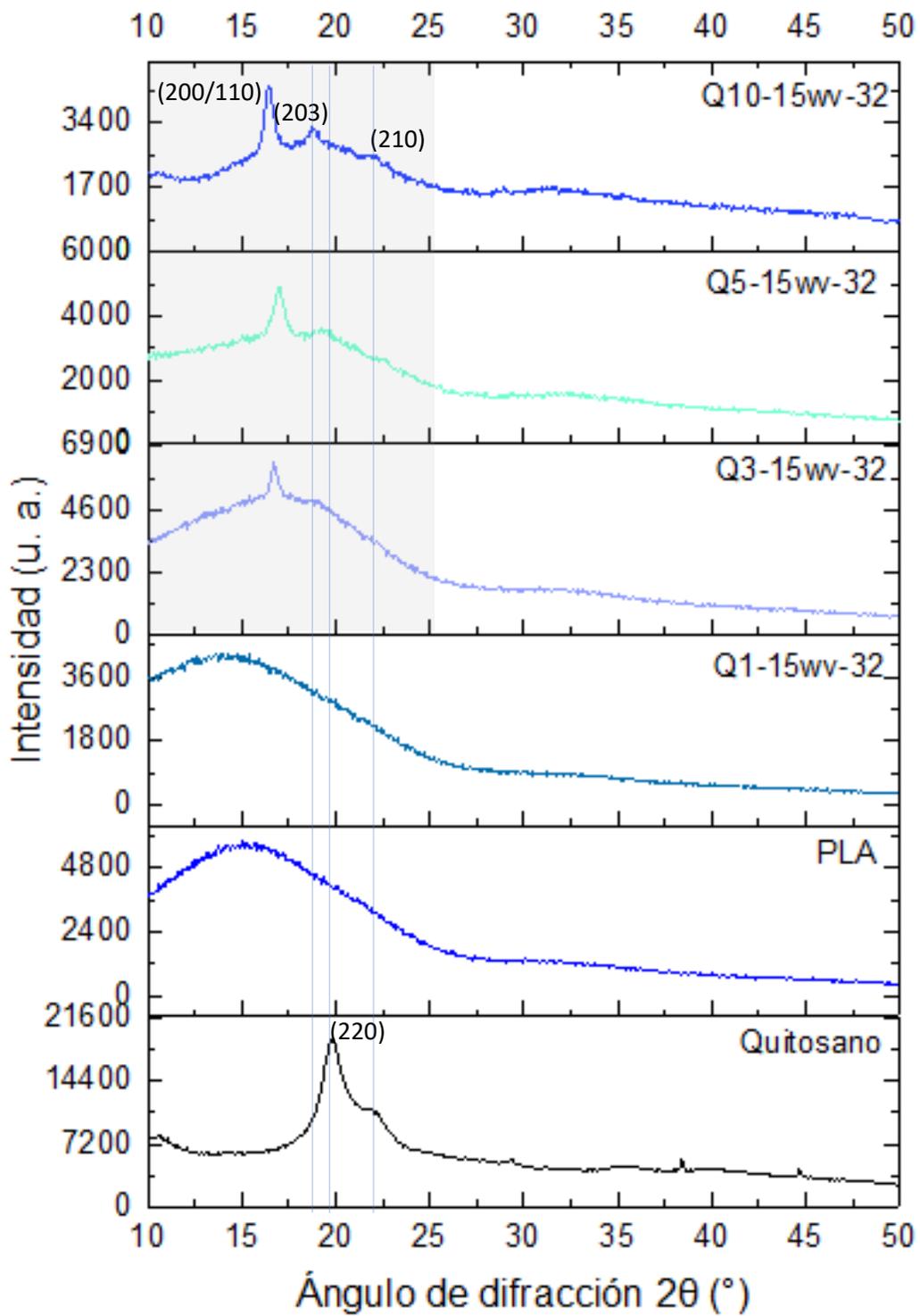


Figura 17. Difractograma de PLA, Q y compositos PLA/Q.

6.7 Análisis termogravimétrico (TGA)

Los resultados de la pérdida de peso del PLA, quitosano y de los composites no tejidos se muestran en la Figura 18, en dicho termograma se aprecia que la integración de quitosano en la matriz polimérica de los no tejidos provoca una disminución de la temperatura de degradación. Primero, alrededor de 100 °C se observa una ligera pérdida de masa relacionada con la pérdida de humedad retenida y degradación del material extraíble proveniente del quitosano, posteriormente, en 283 °C se observa el punto de degradación térmica de los composites, mientras que la temperatura de degradación para el PLA puro es de 300 °C. Esta disminución en temperaturas de degradación, aunque es considerable, no afecta los fines del presente proyecto, ya que la temperatura estándar que asegura la fusión a la cual el PLA es procesado industrialmente es de 190 °C, de acuerdo con la norma ASTM D1238 que indica la pauta del comportamiento reológico (MFI) de los polímeros en estado fundido en procesamiento industrial.

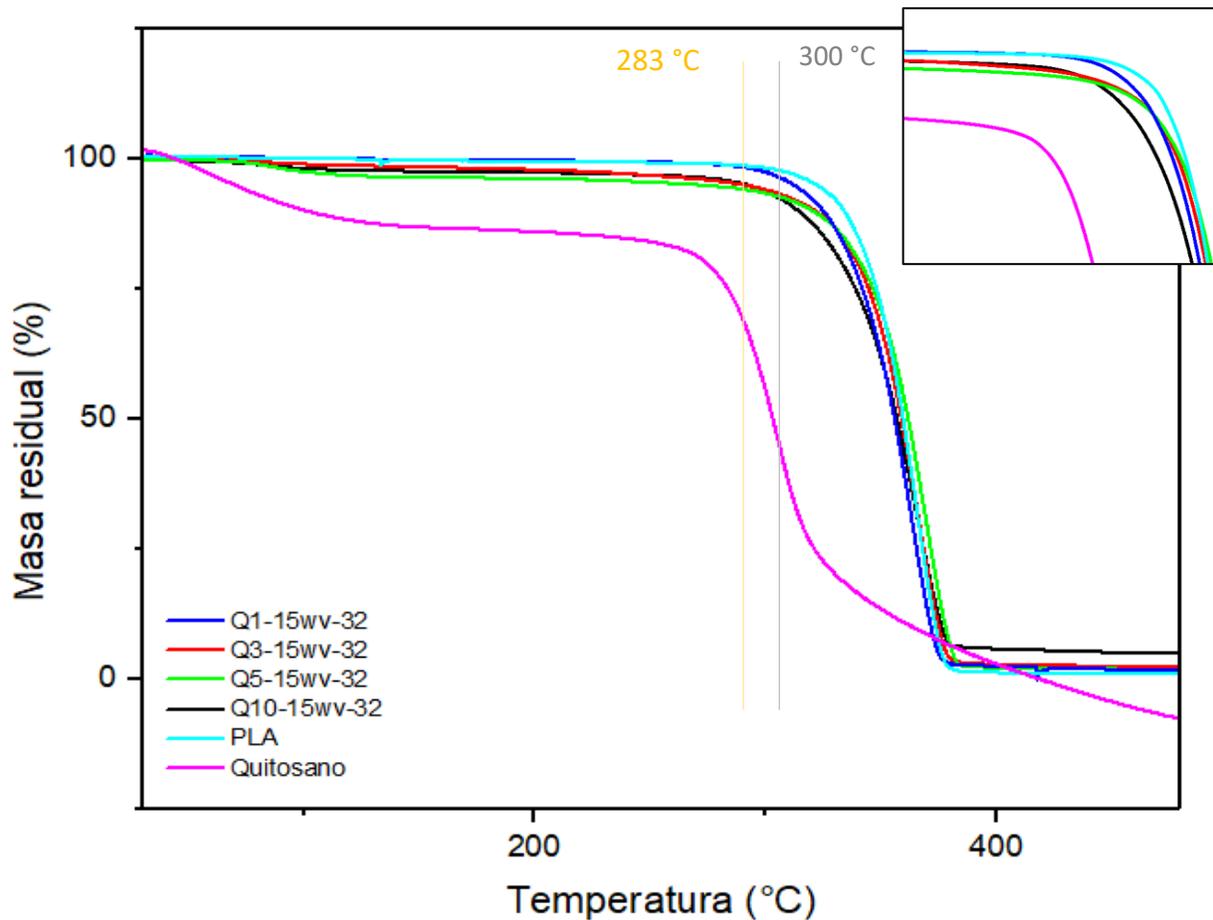


Figura 18. Figura 18. Termograma de PLA, Q y no tejidos.

6.8 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Con relación a la morfología, en la Figura 18 se presentan las micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido, de las telas no tejidas, en a) se observa el compuesto de PLA puro, las fibras están uniformemente distribuidas formando exitosamente un prototipo de no tejido, sin embargo, en la micrografía de 10 μm es posible distinguir adelgazamientos de la fibra, este comportamiento se ve mejorado al añadir quitosano desde el 1 % w/w, observado en el compuesto Q1-15wv-32. U

Dentro de la red de no tejido de compositos Q1-15wv-32, Q3-15wv-32, Q5-15wv-32 y Q10-15wv-32 se detectan aglomerados debidos a la presencia de partículas de quitosano. Se comprueba que el quitosano se distribuye físicamente en el no tejido y que no reacciona con el PLA. La morfología superficial de estos compositos se ve mejorada con la presencia de quitosano en comparación con la morfología superficial del PLA, pues las fibras se observan con diámetro y distribución homogénea.

La correcta homogeneización del quitosano dentro de la matriz de PLA permitió obtener telas no tejidas hiladas con fibras de diámetros regulares, el método de electrohilado permitió obtener una red no tejida aleatoriamente distribuida (no tejido).

Por otro lado, parámetros como la humedad o el solvente, son importantes modificadores de la morfología de los compositos, el uso de cloroformo resulta ser exitoso para su elaboración ya que no se observan fases físicas dadas por una incorrecta evaporación del solvente y la variación de humedad (atmósfera no controlada) no causó aparición de porosidad en las fibras.

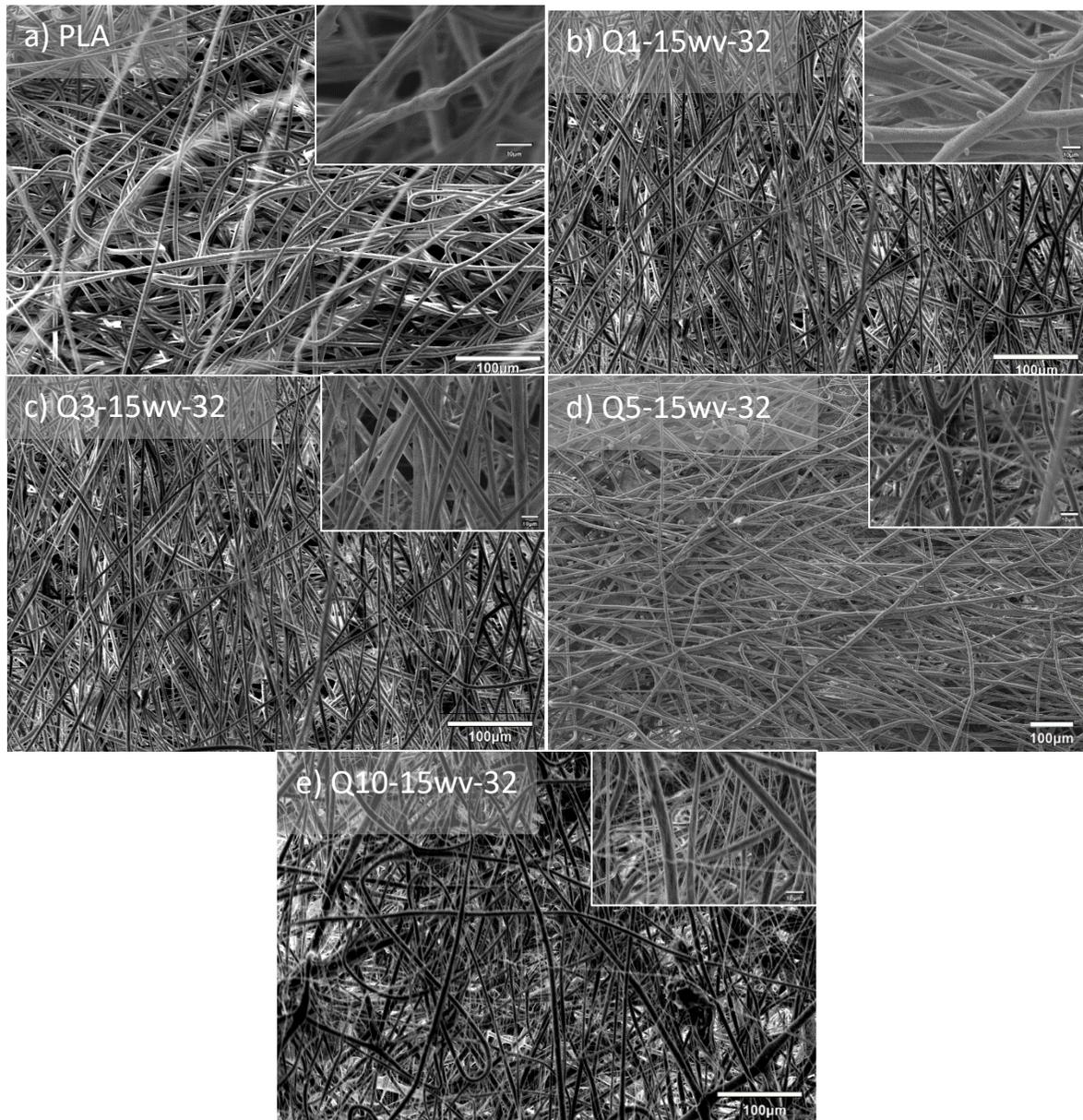


Figura 19. Micrografías de prototipos de telas no tejidas muestras a) PLA puro, b) Q1-15wv-32, c) Q3-15wv-32, d) Q5-15wv-32 y e) Q10-15wv-32.

6.9 Fotodegradación

El análisis de fotodegradación de los prototipos de tela no tejida se realizó durante un total de 1200 h, equivalentes a la exposición que sufrirían los compositos en condiciones de intemperie durante 1 año. Durante el tiempo de análisis se realizó un seguimiento de cambios morfológicos como la apariencia (color, cortes, porosidad, etc). En la Figura 20 a) se presentan las micrografías tomadas en tiempos de exposición de 0 h para los diferentes prototipos, con el cual se comprueba la estructura de estos; las partículas de quitosano observadas de color amarillo se distribuyen en la red del polímero. Por otro lado, en la Figura 20 b) se presentan las microscopías a tiempos de exposición de 800 h, donde el no tejido de PLA no muestra un cambio de apariencia mientras que los compositos Q1-15wv-32, Q3-15wv-32, Q5-15wv-32 y Q10-15wv-32 contienen partículas brillantes dentro de la red, esto debido a que la luz puede atravesar estos puntos específicos donde se encuentra la partícula de quitosano, es decir, se produce un adelgazamiento del no tejido provocado por la fotodegradación del quitosano, este comportamiento se ve potenciado conforme el contenido de quitosano aumenta, para el caso del no tejido Q10-15wv-32, con 10 % de quitosano, se observa incluso un mayor paso de luz observado por grietas donde el color es blanco debido a la próxima desaparición de la partícula de quitosano. Finalmente, en la Figura 20 c) 1200 h, la fotodegradación del PLA aún no se ve activada, sin embargo, el comportamiento de los no tejidos que contienen quitosano se correlaciona con su contenido, a mayor concentración de quitosano, la degradación de los compositos se promueve. En el caso del no tejido Q10-15wv-32, se observa que sufre aparición de “huecos” o cortes de la red fibrosa del no tejido y los compositos Q1-15wv-32, Q3-15wv-32, Q5-15wv-32 presentan puntos brillantes atribuidos a la fotodegradación del quitosano.

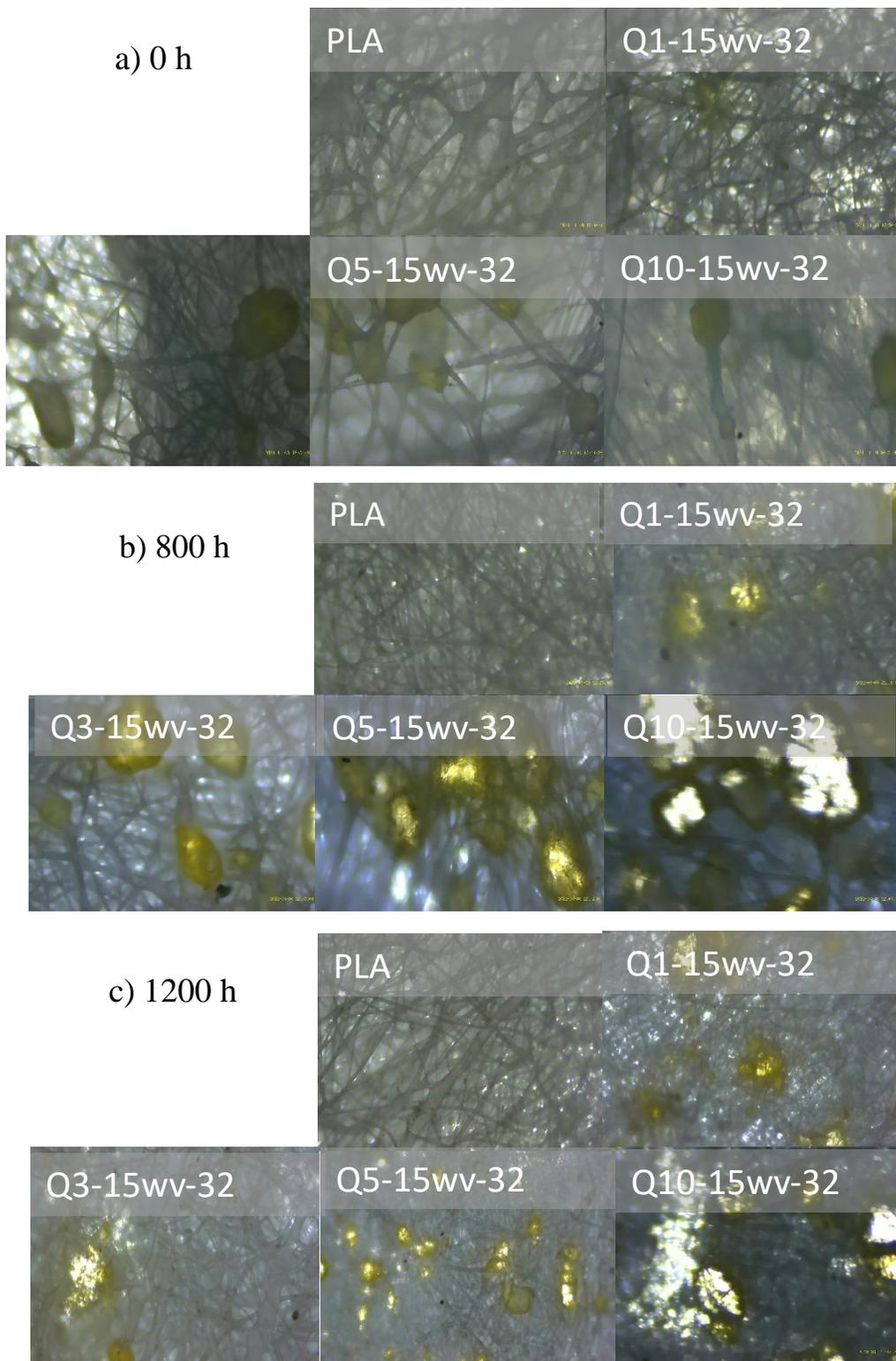


Figura 20. Micrografías de fotodegradación de prototipos de no tejido. Tiempos de exposición de a) 0 h, b) 800 h y c) 1200 h.

Lo anterior sugiere que, a condiciones de intemperie, un no tejido fabricado con PLA puede tener una duración de al menos un año y al añadir quitosano en la matriz de PLA, la duración disminuye, provocada por la fotodegradación del quitosano; el material se degrada y es observada una fracturación de este (Figura 21). De acuerdo con literatura, el mecanismo de fotodegradación del quitosano puede iniciar con grupos acetamida que se unen a la glucosamida, siendo fuentes de radicales para iniciar una reacción en cadena con abstracción de hidrógeno en los carbonos de la estructura del quitosano, para después adicionarse átomos de oxígeno y formar hidroperóxidos, mismos que posteriormente se descomponen causando cortes de cadena.

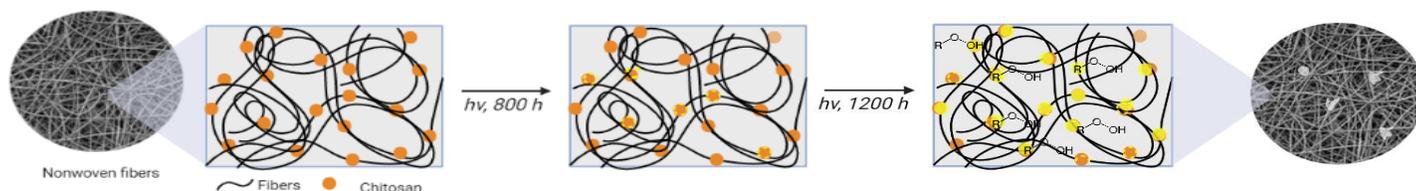


Figura 21. Mecanismo propuesto para la fotodegradación de los compositos no tejidos.

6.10 Biodegradación por composta

La biodegradación por composta se estudió por un periodo total de 45 días, debido a la forma física de las muestras, no se realizó seguimiento a través de la pérdida de peso pues no fue posible limpiar el residuo remanente de suelo depositado en la superficie de éstas. El seguimiento se realizó a través de la recuperación de las muestras y la medición de área resultante. En la Figura 22 se presenta el seguimiento visual de la biodegradación, se observa cómo conforme avanza el tiempo las muestras se degradan perdiendo estructura física observándose finas y quebradizas. Los recuadros de fondo representan el área original de las muestras (1 cm^2). En el caso del control positivo (papel de celulosa), no fue posible la recuperación (N R), se asume

que la degradación fue del 100 %, mientras que la degradación del control negativo (película de polietileno), la degradación fue del 0 %, como era esperado. De acuerdo con la norma ASTM D5338, este comportamiento valida la buena realización del análisis.

En la Figura 23 se presenta gráficamente el área medida de cada composito durante el análisis de biodegradación, se aprecia que conforme aumenta el contenido de quitosano, el área recuperada es menor, esto demuestra que el quitosano promueve la degradación por composta, al interaccionar con microorganismos que lo conducen a una endo–escisión por acción enzimática denominada biofragmentación (Coma, 1995). Por otro lado, la red estructural del poli (ácido láctico) probablemente dificulta el paso de estos microorganismos hacia dentro del no tejido. Las muestras Q5-15wv-32 y Q10-15wv-32 presentan un comportamiento similar, esto puede ser debido a la dispersión de las partículas de quitosano en la red del no tejido, que al comenzar con el proceso de biodegradación promueven la formación de grietas ocasionando que la pérdida de área se acelere, es decir, mientras las partículas de quitosano se encuentren dispersas en la red del no tejido, se promueve la biodegradación causando biofragmentación de todo el material.

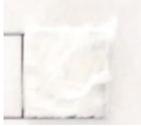
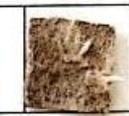
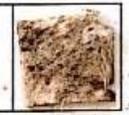
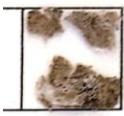
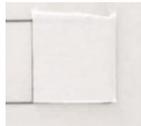
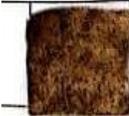
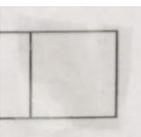
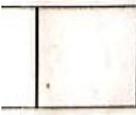
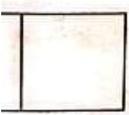
Identificación de muestra	Biodegradación 0 h	Biodegradación 20 h	Biodegradación 35 h	Biodegradación 45 h
PLA				
Q1-15wv-32				
Q3-15wv-32				
Q5-15wv-32				
Q10-15wv-32				
Control +				NR
Control -				

Figura 22. Seguimiento visual de biodegradación de no tejidos.

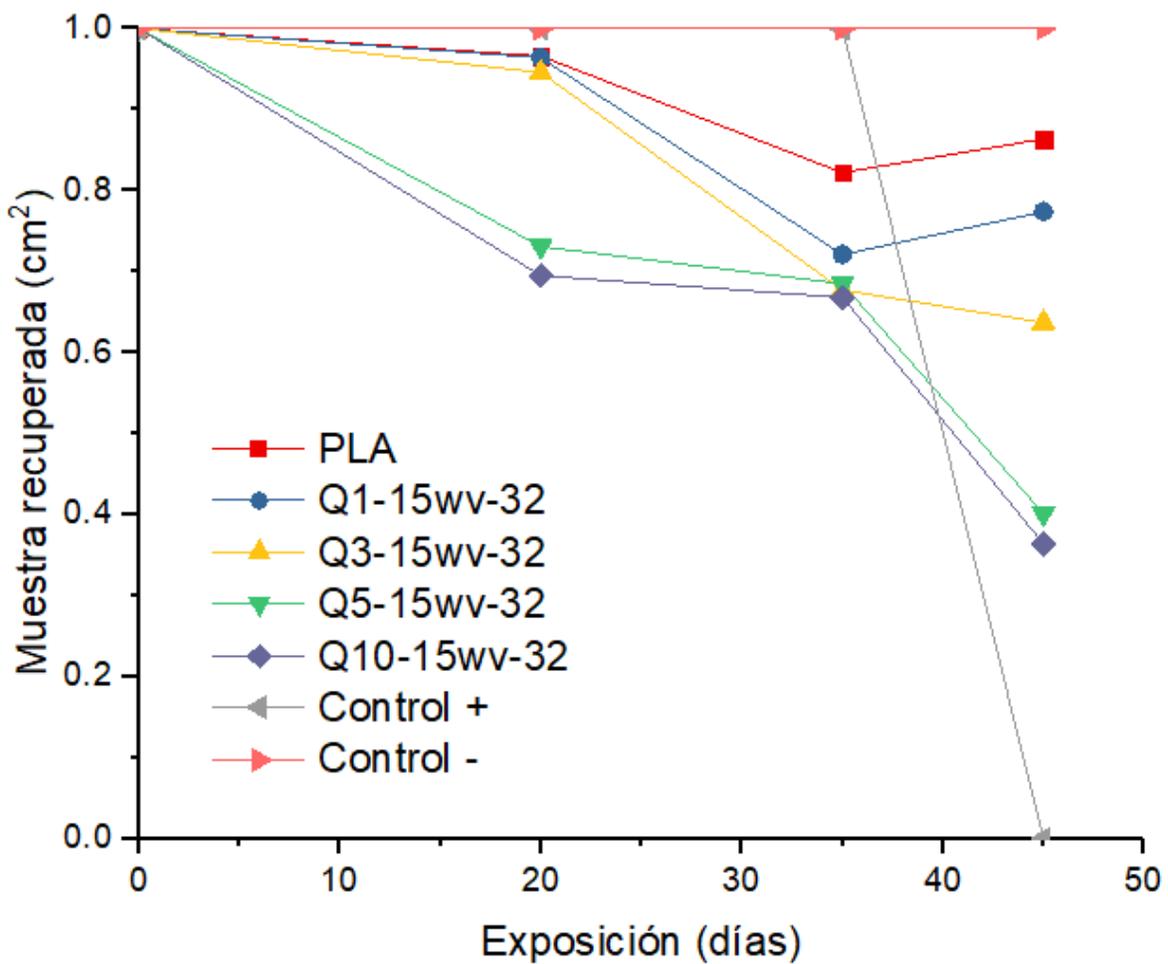


Figura 23. Gráfico del área recuperada durante el análisis de biodegradación por composta de no tejidos.

6.11 Actividad Antimicrobiana

Durante el presente proyecto se evaluó la actividad antimicrobiana con bacterias Gram positivas (*Staphylococcus aureus*) y Gram- negativas (*Escherichia coli*). En la Figura 24 a) se presenta el efecto inhibitorio del compuesto contra *S. aureus*, y en la Figura 24 b) contra *E. coli*, resulta evidente que los diferentes compuestos carecen de actividad antimicrobiana contra estos microorganismos. La actividad esperada es dada por el quitosano, reportado en numerosas fuentes como antimicrobiano, sin embargo, este efecto está relacionado con características como el peso molecular, preferentemente

bajo (< 60 kDa) (Šimůnek, 2012), un grado de acetilación bajo o bien, un alto número de grupos amino libres (Andres, 2007), por otro lado, la densidad de carga catiónica y el pKa son otros factores que influyen, ya que cuando el quitosano se encuentra no protonado no es soluble en medio acuoso, al reducir el pH (< 6.5) los grupos amino se protonan formando -NH_3^+ permitiendo la solubilidad, es por lo anterior que la densidad de la carga catiónica provoca la unión del quitosano con los componentes aniónicos de una membrana bacteriana (Jung, 2010). Dado lo anterior, el resultado no inhibitorio es probablemente debido a una baja densidad de carga catiónica del quitosano, ya que estando en contacto con los medios de cultivo y su humedad, se esperaría la protonación de los grupos amino y mejorando la actividad antimicrobiana. Por otro lado, el quitosano elegido cuenta con un bajo grado de acetilación ($\leq 5\%$) de acuerdo con el proveedor, por lo que el número de grupos aminos libres se esperaría adecuado. Finalmente, en la Figura 24 c) se presenta con mayor definición el crecimiento de microorganismos sobre el no tejido.

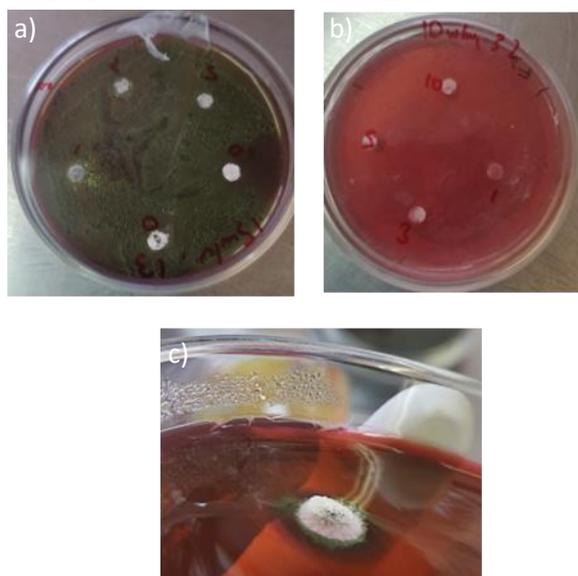


Figura 24. Actividad antimicrobiana de compositos no tejidos en. a) *S. aureus* y b) *E. Coli*. c) Crecimiento bacteriano.

VII. CONCLUSIONES

De acuerdo con los resultados, la obtención de no tejidos por el método de electrohilado es una buena alternativa para su desarrollo a una escala laboratorio con posibilidades de llevar a escala industrial. En este proyecto se reacondicionó exitosamente un sistema de electrohilado y se evaluaron los factores que permiten obtener no tejidos homogéneamente distribuidos.

Se encontró que el sistema de compositos PLA/Q no reacciona químicamente, sin embargo, es posible formar prototipos de telas no tejidas con red de fibras uniformemente distribuidas y de diámetros homogéneos, además una comparación con no tejidos de denier industrial confirmó el acercamiento a características utilizadas en la industria textil para su utilización en no tejidos como cubrebocas o ropa médica tradicionalmente fabricados con resinas sintéticas como el polipropileno, lo que aporta significativamente a un ámbito ecológico ya que, por otro lado, esta propuesta de materiales no tejidos mostró ser biodegradable por composta, hasta en un 60 %.

La concentración del polímero en la solución es un factor importante en la fabricación de no tejidos ya que modifica la viscosidad de las soluciones, lo cual, influye significativamente en la obtención de una red no tejida; una viscosidad baja es suficiente para fabricar películas o membranas, sin embargo, una concentración óptima permitirá la formación de fibras dadas por la correcta evaporación del solvente remanente, evitando una nueva redisolución de las fibras previamente depositadas. Mientras que una viscosidad alta dificultará el paso de la solución a través del capilar.

Se encontró que el quitosano actúa como agente nucleante para el PLA, un mayor efecto nucleante es observado en mayor tiempo de disolución en cloroformo con ajuste de volumen. Además, el método de fabricación de no tejidos, así como la integración de quitosano aumenta la cristalinidad del PLA y promueve la formación

de cristalitos del tipo α y disminución de cristalitos α' , donde la fase α es una estructura más ordenada y la fase α' son cristales más delgados o imperfectos.

La concentración de quitosano en los no tejidos influye en los resultados de fotodegradación. En tiempo de exposición de 1200 h a luz UV de 340 nm, el no tejido de PLA no sufrió ningún daño, es decir, el PLA no muestra actividad de fotodegradación, por otro lado, el quitosano comienza a fotodegradarse alrededor de 600 h de exposición, una mayor concentración de quitosano favorece el efecto fotodegradativo. Una vez dentro de la red no tejida de PLA, el quitosano actúa como punto de fractura de los compositos.

Se encontró que el quitosano también actúa como punto de biofracturación en la biodegradación por composta, al interactuar con microorganismos presentes en el suelo acelera la fracturación por capas del no tejido, volviéndolo más delgado y frágil, lo que, a su vez, facilita la entrada de microorganismos y humedad hacia la red.

Finalmente, no se observó actividad antimicrobiana en los compositos, esto puede deberse a la baja concentración de quitosano; una mayor concentración podría solucionarlo, al tamaño de las partículas; un tamaño menor de partículas podría mejorar la protonación de grupos amino en medio acuoso y promover un efecto antimicrobiano.

VIII. BIBLIOGRAFÍA

- Abdul Gaffar Khan, M. K. (2021). Quality of life in the COVID-19 outbreak: influence of psychological distress, government strategies, social distancing, and emotional recovery. *Heliyon*.
- Ana L. Patrício Silva, J. C.-S. (2021). Increased plastic pollution due to COVID-19 pandemic: Challenges and recommendations . *Chemical Engineering Journal*, 126683.
- Andres, Y. G. (2007). Antibacterial Effects of Chitosan Powder: Mechanisms of Action. . *Environmental Technology*, 28(12), 1357–1363.
- Arteaga-Ballesteros, B. G.-M.-M.-L. (2020). Composite of polylactic acid and microcellulose from kombucha membranes. *e-Polymers*, 15-26.
- C.R. Reshmi, S. V. (2021). Reshmi, C. R., Nair, S. V., From nonwoven fibers to woven nanotextiles. Biomedical Applications of Electrospinning and Electrospinning. doi:10.1016/b978-0-12-822476-2.00003-0
- Castellón Castro, C. A., Tejeda López, L. N., & Tejeda Benítez, L. P. (2016). Evaluación de la degradación ambiental de bolsas plásticas biodegradables. *Informador Técnico*, 24-31.
- Chengbo Zhou, H. L. (2016). Thermal strain-induced cold crystallization of amorphous poly(lactic acid). *CrystEngComm*, 3237–3246 .
- Coma, V. C. (1995). Estimation of the biofragmentability of packaging materials by an enzymatic method. . *Enzyme and Microbial Technology*., 524–529.
- Congwei L., L. D. (2022). Facile method to synthesize fluorescent chitosan hydrogels for selective detection and adsorption of Hg²⁺/Hg⁺. *Carbohydrate Polymers*.
- Cruz, L. I. (2016). Caracterización morfológica y degradación hidrolítica de películas de ácido poliglicónico (PGA) y alcohol polivinílico (PVA) conteniendo nanopartículas de TiO₂. San Luis Potosí: UASLP.
- Das, D. (2014). *Introduction to composite nonwovens*. Delhi, India: Indian Institute of Technology.
- Dos Santos, J. M. (2019). Alternative synthesis for ZnFe₂O₄/chitosan magnetic particles to remove diclofenac from water by adsorption. *International Journal of Biological Macromolecules*.
- Drabek, J., & Zatloukal, M. (2019). Meltblown technology for production of polymeric microfibers/nanofibers: A review. *Physics of Fluids*.

- Farah, S., G. Anderson, D., & Langer, R. (2016). Propiedades físicas y mecánicas del PLA y sus funciones en aplicaciones generalizadas: una revisión exhaustiva. *El Sevier*, 2-26.
- Feng, S. &. (2011). The Application of PLA Resin on Nonwovens Production. *Advanced Materials Research*, 332-334, 1239–1242. .
- Geus, H.-G. (2016). Developments in manufacturing techniques for technical nonwovens. *Advances in Technical Nonwovens*, 133–153.
- Gozdecka, A. &. (2018). Effect of UV radiation and chitosan coating on the adsorption-photocatalytic activity of TiO₂ particles. *Materials Science and Engineering*, 582–594. .
- Guo, C. X. (2015). Surface modification of poly (lactic acid) with an improved alkali-acid hydrolysis method. *Materials Letters*, 144–147.
- H. Ullah, A. U. (2020). Novel coronavirus 2019 (COVID-19) pandemic outbreak: A comprehensive review of the current literature. *Vacunat*, 22(2), 106-113.
- Hernández García, E. A. (Mayo 2019). *Fotodegradación de poliestireno mediante la adición de compuestos fotoactivadores*. Ciudad Madero, Tamaulipas: Instituto Tecnológico de CD Madero.
- Hui-Qiang Z., H.-Y. H. (2022). Chitosan-based composite film adsorbents reinforced with nanocellulose for removal of Cu(II) ion from wastewater: Preparation, characterization, and adsorption mechanism. *International Journal of Biological Macromolecules* , 369-380.
- Ibrahim, H. M.-Z. (2015). Chitosan as a Biomaterial — Structure, Properties, and Electrospun Nanofibers. . *Concepts, Compounds and the Alternatives of Antibacterials*. .
- Jamshidian, M., Arabe de Elmira, T., Imran, M., & Jacquot, M. &. (2010). Ácido poliláctico: producción, aplicaciones, nanocompuestos y estudios de liberación. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 551-571.
- Jeong Jeon, H., & Nam Kim, M. (2013). Biodegradación de poli(l -lactida) (PLA) expuesta a radiación UV por una bacteria mesófila. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 289-293.
- Jesús Manuel Quiroz-Castillo, D. E.-F.-M.-L.-O.-C.-F.-F. (2014). Preparation and Characterization of Films Extruded of Polyethylene/Chitosan Modified with Poly(lactic acid). *Materials*, 138- 148.

- Jiří Jaromír Klemeš, Y. V. (2020). Minimising the present and future plastic waste, energy and environmental footprints related to COVID-19. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 127(109883).
- Jon Andrade-Del Olmo, L. P.-Á.-R. (2019). Antibacterial multilayer of chitosan and (2-carboxyethyl)- β -cyclodextrin. *Food Hydrocolloids*, 228-236.
- Jung, E. J. (2010). Antibacterial activity of chitosans with different degrees of deacetylation and viscosities. *International Journal of Food Science & Technology*, 45(4), 676–682.
- K. Hamad, M. K. (2015). Properties and medical applications of polylactic acid. *eXPRESS Polymer Letters*, 9(5), 435- 455. doi:10.3144/expresspolymlett.2015.42
- Li, F.-J. Z.-D.-Z.-Z. (2015). Effect of polyethylene glycol on the crystallization and impact properties of polylactide-based blends. *Polymers for Advanced Technologies*, 465–475.
- Li, Z. W. (2020). A high-efficiency and plane-enhanced chitosan film for cefotaxime adsorption compared with chitosan particles in water. *Chemical Engineering Journal*.
- Liu, Y. W. (2017). Composite poly(lactic acid)/chitosan nanofibrous scaffolds for cardiac tissue engineering. *International Journal of Biological Macromolecules*.
- Lizardi-Mendoza, J. A. (2016). *Chemical Characteristics and Functional Properties of Chitosan*.
- Martínez-Jothar, L. M.-Z.-G.-C.-M. (2021). Thermal degradation of polypropylene reprocessed in a co-rotating twin-screw extruder: kinetic model and relationship between Melt Flow Index and Molecular weight. *Revista Mexicana De Ingeniería Química*, 1079-1091.
- Nsirikak U. Benson, D. E. (2021). COVID pollution: impact of COVID-19 pandemic on global plasticwaste footprint. *Heliyon*.
- P. De Santis and A. J. Kovacs, B. (1968). *Biopolymers*, 299–306.
- R, M. (2019). *Microscopy and Microtechnique*. India: MJP Publisher.
- Rodrigues, C., Tofanello, A., & Nantes, I. L. (2015). Mecanismos Biológicos Oxidativos para la Degradación de Poli(ácido láctico) Mezclado con Almidón Termoplástico. *ACS Sustainable Chemistry & Thermoplastic Starch*, 2756–2766.
- Russell, S. J. (2022). *Handbook of Nonwovens*. Elsevier.

- Sébastien, F. S. (2006). Novel biodegradable films made from chitosan and poly(lactic acid) with antifungal properties against mycotoxinogen strains. . *Carbohydrate Polymers*.
- Shuting Zhuang, S. Z. (2022). Adsorption of Co^{2+} and Sr^{2+} in aqueous solution by a novel fibrous chitosan biosorbent. *Science of the total environment*.
- Šimůnek, J. B. (2012). The antimicrobial action of chitosan, low molar mass chitosan, and chitooligosaccharides on human colonic bacteria. *Folia Microbiologica*, 57(4), 341–345.
- Thomas, S. P. (2020). Handbook of Chitin and Chitosan: Volume 1: Preparation and Properties (1.a ed.). *Elsevier*.
- Tolaimate, A. D. (2003). Contribution to the preparation of chitins and chitosans with controlled physico-chemical properties. *Polymer* , 44(26), 7939–7952.
- W. Albrecht, H. F. (2003). *Nonwoven Fabrics: Raw Materials, Manufacture, Applications, Characteristics, Testing Processes*. KGaA, Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.
- Walczak, Z. K. (2002). PROCESSES OF “SPUNBOND”. En *Processes of Fiber Formation* (págs. 346–374).
- Wang, X. K. (2012). Bi-porous bioinspired chitosan foams with layered structure and their adsorption for xylenol orange. *Chemical Engineering Journal*, 509–516.
- Xiaoyu L., X. H. (2022). Development of ionic liquid filled chitosan capsules to remove Cr(VI) from acidic solution: Adsorption properties and mechanism. *Journal of Environmental Chemical Engineering*.
- Yaowen Liu, S. W. (2018). Fabrication of polylactic acid/carbon nanotubes/chitosan. *International Journal of Biological Macromolecules*. doi:10.1016/j.ijbiomac.2018.09.042
- Zaaba, F., & Jaafar, M. (2020). Revisión de los mecanismos de degradación del ácido poliláctico: degradación hidrolítica, fotodegradativa, microbiana y enzimática. *Polymer Engineering and Science*, 2061–2075.
- Zia, Q. T. (2019). Porous poly(L-lactic acid)/chitosan nanofibres for copper ion adsorption. . *Carbohydrate Polymers*.
- Zweifel, H. (1998). *Estabilización de materiales poliméricos*. Moscow: Springer.

IX PERSPECTIVAS

La fabricación de no tejidos por el método de electrohilado realizada durante el presente proyecto permite impulsar una línea de investigación para el desarrollo de compositos no tejidos con propiedades innovadoras y con tendencia ecológica.

El trabajo futuro considera el estudio del efecto de la adición de un agente antimicrobiano que permita la sinergia con el quitosano para lograr actividad antimicrobiana.

Asimismo, se considera el mejorar el sistema de electrohilado, para permitir obtener un no tejido con mejores características visuales; mayor control del espesor, homogeneidad y tamaño del prototipo de tela no tejida. Esto se puede lograr realizando modificaciones al colector, añadiendo una platina que se pueda deslizar automáticamente y que evite la formación de no tejido en un solo punto.

Se propone explorar las propiedades mecánicas de los compositos, así como otras características como la capacidad de barrera y permeabilidad, y comparar contra tela no tejida comercial fabricada con polipropileno (PP), para evaluar finalmente su uso en sustitución de no tejidos de resinas sintéticas en aplicaciones como cubrebocas o tela quirúrgica.

X. GLOSARIO

Agente nucleante	Compuesto aditivo empleado para la formación de cristales de polímero.
Antimicrobiano	Compuesto natural o sintético que tiene la capacidad de inhibir o eliminar el crecimiento de microorganismos como bacterias, hongos y algas.
ASTM	Sociedad Americana de Pruebas y Materiales (American Society for Testing and Materials), es una organización internacional de desarrollo y publicación de normas.
Biodegradación	Proceso de conversión del material polímero mediante microorganismos a formas menos tóxicas o más útiles.
Cloroformo	Empleado como intermediario en la fabricación de materiales poliméricos.
Composito	Material creado a partir de la combinación de dos o más elementos (naturales o sintéticos) que poseen propiedades fisicoquímicas diferentes.
Compostabilidad	Capacidad de un material para descomponerse de forma biológica bajo condiciones controladas a un estado estable para su almacenamiento y utilización.
Copolímero	Polímero formado a partir de dos o más tipos diferentes de monómeros unidos en una misma cadena polimérica.
Cristalito	Nanopartículas de cristal que se forman durante el enfriamiento de algunos materiales.
DSC	Calorimetría diferencial de barrido, es una técnica termoanalítica que consiste en determinar la diferencia en la cantidad de calor necesaria para aumentar la temperatura de una muestra.

Electrohilado	Método para producir fibras ultrafinas (escala nanométrica), funciona cargando y expulsando un polímero fundido a través de una hilera empleando un campo eléctrico de alto voltaje para solidificarlo y formar un filamento.
Fase de cristal	Estructura monocristalina compuesta por ordenamiento de átomos de dos o más elementos.
Fibra	Filamento fino formado por cadenas extendidas en línea recta.
Fotodegradación	Resultado de la absorción de la luz ultravioleta que lleva a las moléculas a estados excitados provocando su descomposición.
FTIR	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier, es una técnica utilizada para obtener el espectro infrarrojo de absorción, emisión y fotoconductividad para identificar la presencia de compuestos orgánicos e inorgánicos en una muestra.
MFI	Índice de fluidez (Melt Flow Index), mide la resistencia al flujo de un polímero fundido bajo fuerza, temperatura y tiempo previamente determinados.
No tejido	Ensamblaje fibroso que ha sido diseñado a nivel de integridad estructural por medios fisicoquímicos.
Película	Material continuo y delgado de hasta 200µm de espesor.
PLA	Poli (ácido láctico), biopolímero termoplástico obtenido a partir del ácido láctico.
Polímero	Compuesto de origen natural o sintético, obtenido mediante polimerización y cuya molécula está formada por repetición de unidades estructurales.
Polipropileno	Polímero termoplástico obtenido a partir de la polimerización del propileno.
Quitosano	Polímero natural proveniente de la quitina.

Red	Malla compuesta por fibras entrelazadas.
Reología	Ciencia que estudia la deformación y el flujo de materia de los fluidos en diferentes condiciones.
SEM	Microscopía electrónica de barrido, es una técnica utilizada para caracterizar morfología, topología y estructura superficial detallada de un material sólido.
T_{cc}	Temperatura de cristalización en frío, es el rango de temperatura entre la T _g y la T _m en la que ocurre el desencadenamiento molecular del crecimiento del núcleo y reordenamiento imperfecto del cristal.
T_g	Temperatura de transición vítrea, es el rango de temperatura en el que el sustrato de polímero cambia de un material vítreo rígido a blando (no fundido).
TGA	Análisis termogravimétrico, es una técnica analítica utilizada para determinar la estabilidad térmica de un material y su fracción de componentes volátiles al monitorear el cambio de peso que ocurre al calentar la muestra a una velocidad constante.
T_m	Temperatura de fusión, es el punto en el que un material se encuentra totalmente fundido.
Viscosidad	Fricción interna debido a la cohesión molecular en los fluidos lo que genera resistencia al flujo.
XRD	Difracción de rayos X, es una técnica utilizada para evaluar cristalinidad y estructura de muestras sólidas.