



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**



**Facultad de Ingeniería en Tecnología de la Madera
Maestría en Ciencias y Tecnología de la Madera**

Tesis

**“Membranas nanoestructuradas de Celulosa /Quitosa
reforzadas con Nanotubos de Carbono de Pared Múltiple”**

para obtener el grado de

Maestra en Ciencias y Tecnología de la Madera

Presenta:

Ing. Alhelí Hernández Pérez

Directora:

Dra. Nelly Flores Ramírez

Codirectora:

Dra. Lada Domratcheva Lvova

Morelia, Mich. Noviembre del 2024

DEDICATORIA Y AGRADECIMIENTOS

Este trabajo está dedicado con profundo cariño a mis hermanos, Mariela Lolita Hernandez Pérez y Gilberto Hernandez Pérez, quienes han sido mi apoyo incondicional a lo largo de la vida. De manera especial, lo dedico a mi padre, quien, si estuviera presente, se sentiría inmensamente orgulloso y feliz por este proyecto.

A David Poiré de la Cruz y a "la Gorda", gracias por estar a mi lado en los momentos buenos y en los no tan buenos. Su compañía ha sido invaluable.

Expreso mi más sincero agradecimiento a la Dra. Nelly Flores Ramírez y a la Dra. Lada Domratheva Lvova por su paciencia, enseñanzas y la confianza depositada en mí. Su apoyo ha sido fundamental para mi desarrollo tanto académico como profesional.

Al Dr. Salomón Ramiro Vásquez García, gracias por su apoyo y valiosas sugerencias que enriquecieron esta investigación. Al Dr. Francisco Gabriel Martínez Granados, mi gratitud por su dedicación y acompañamiento en cada etapa del proceso de investigación. A la Dra. Nancy, gracias por la calidad de sus clases y sus oportunos consejos.

Agradezco al comité tutorial, conformado por la Dra. Nelly Flores Ramírez, la Dra. Lada Domratheva Lvova, el Dr. Salomón Ramiro Vásquez García, el Dr. Francisco Gabriel Granados Martínez y el Dr. Jesús Daniel Fernández Quiroz quien a pesar de la distancia ha sido un gran apoyo, así como al equipo de trabajo, por su tiempo, disposición para escucharme, guiarme y aconsejarme durante el desarrollo de este proyecto.

Finalmente, agradezco el apoyo brindado por la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo y al departamento de posgrado de la Facultad de Ingeniería y Tecnología de la Madera. Al CONAHCYT por la beca otorgada. Al CIC de la UMSNH de la Dra. Nelly Flores Ramírez, a la Universidad Veracruzana y al departamento de posgrado de Ingeniería en Materiales.

RESUMEN

“Membranas nanoestructuras de Celulosa microcristalina/Quitosana reforzadas con Nanotubos de Carbono de pared múltiple”

La celulosa y el quitosano son biopolímeros naturales con potencial para diversas aplicaciones, como en la administración de fármacos y la ingeniería de tejidos. Sin embargo, sus propiedades mecánicas no suelen cumplir los estándares requeridos, lo que limita su aplicación. Por otro lado, los materiales como los nanotubos de carbono multipared (MWCNTs) presentan características únicas y han demostrado su potencial como refuerzo mecánico. Este estudio se centra en la fabricación de membranas compuestas, por celulosa, quitosana, poli (alcohol vinílico) (PVA) y MWCNTs Cell/Qt/PVA/MWCNTs, utilizando la técnica de electrohilado. Los MWCNTs se sintetizaron mediante deposición química de vapor (CVD) utilizando un precursor reciclado. Luego, se llevó a cabo una disolución y mezcla homogénea de los polímeros y los MWCNTs (en concentraciones del 3% y 1% p/p, respectivamente) bajo agitación constante. La caracterización de los compuestos incluyó el análisis de la estructura molecular mediante FTIR, la evaluación de la linealidad y homogeneidad de las nanofibras mediante MEB-EDS, y la evaluación de la dureza, la conductividad eléctrica y el grosor de las membranas obtenidas. El análisis FTIR afirmó el potencial de afinidad de Cell/Qt/PVA/MWCNTs, revelando interacciones entre grupos funcionales como CH₂, CH₃, -OH, y CO dentro del compósito. La incorporación de MWCNTs como refuerzo mejoró notablemente la dureza y morfología de las membranas compuestas Cell/Qt/PVA. Además, el grosor medio de las fibras de los materiales compuestos aumentó significativamente con la incorporación de los MWCNTs, destacando el potencial de los MWCNTs para reforzar mecánicamente y mejorar la integridad estructural de las membranas compuestas a base de celulosa y quitosana.

Palabras Clave: membranas, quitosana, celulosa, nanotubos de carbono de pared múltiple, electrohilado.

Microcrystalline cellulose/chitosan nanostructured membranes reinforced with carbon nanotubes".

ABSTRACT

As natural and biodegradable polymers, cellulose and chitosan show promise for various applications such as drug delivery and tissue engineering. However, their mechanical properties often fall short of required standards, limiting their potential uses. In contrast, materials like multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs) exhibit exceptional mechanical reinforcement capabilities. This study focuses on the fabrication of composite membranes, designated as Cell/Ch/PVA/MWCNTs, which incorporate cellulose, chitosan, poly (vinyl alcohol) (PVA), and MWCNTs as reinforcing agents, utilizing the electrospinning technique. Using a recycled precursor, MWCNTs were synthesized via chemical vapor deposition (CVD). Before electrospinning, thorough dissolution and homogeneous mixing of all polymers and MWCNTs (at concentrations of 3% and 1%wt, respectively) were conducted under constant agitation. Characterization of the composites included molecular structure analysis using FTIR, nanofiber linearity and homogeneity assessment via SEM-EDS, and evaluation of hardness, electrical conductivity, and thickness. FTIR analysis affirmed the affinity potential of Cell/Ch/PVA/MWCNTs, revealing associations among functional groups such as CH₂, CH₃, -OH, and CO within the composite. Incorporating MWCNTs as reinforcement notably enhanced the hardness and morphology of Cell/Ch/PVA composite membranes. Furthermore, the mean fiber thickness of the composites significantly increased with MWCNTs incorporation, highlighting the potential of MWCNTs in bolstering the mechanical properties and structural integrity of cellulose-chitosan-based composite membranes.

Keywords: membranes, chitosan, microcrystalline cellulose, multi-walled carbon nanotubes, electrospinning.

Contenido	
RESUMEN.....	3
I. INTRODUCCIÓN	15
JUSTIFICACIÓN	16
OBJETIVOS	17
Objetivo general	17
Objetivos específicos	17
HIPÓTESIS	18
II. MARCO TEÓRICO	19
2.1 Antecedentes.....	19
2.2 Compositos y andamiaje en la biomédica	20
2.3 Biopolímeros en andamio.....	20
2.4 Métodos de andamiaje.....	21
2.5 Proceso de electrohilado	21
2.6 Instrumentación y equipo de electrohilado	22
2.7 Características de la quitosa y celulosa	24
2.7.1 Celulosa	24
2.7.2 Celulosa microcristalina.....	24
2.7.3 Electrohilado de celulosa.....	25
2.8 Quitosa	25
2.8.1 Electrohilado de quitosa	26
2.9 Alcohol polivinílico.....	26
2.9.1 Celulosa/quitosa	27
2.9.2 Fracción metanólica como precursor para obtener CNSs.....	27
2.9.3 Nanoestructuras de carbono	28
2.9.4 Métodos de síntesis de CNSs.....	28
2.9.5 Síntesis de CNSs.....	29
2.10 Diseño experimental.....	29
III. CARACTERIZACIÓN	31
3.1 Microscopia electrónica de barrido.....	31
3.2 Espectroscopia infrarroja con transformada de fourier FTIR.....	32

3.3	Evaluación de dureza.....	32
3.4	Evaluación de hidrofobicidad	33
3.5	Evaluación de las propiedades eléctricas	34
IV.	METODOLOGÍA Y MATERIALES.....	35
4.1	Materiales y reactivo	35
4.2	Diagrama de proceso para la metodología	37
4.3	Síntesis de CNSs.....	37
4.3.1	Caracterización morfológica de las CNSs.....	38
4.3.2	Caracterización FTIR de los MWCNTs.....	40
4.3.3	Conductividad eléctrica de los MWCNTs.....	40
V.	OBTENCIÓN DE MEMBRANAS NANOESTRUCTURADAS DE CELULOSA Y QUITOSANA	41
5.1.1	Relación equimolar y preparación de solución para electrohilado.....	42
5.2	Proceso de electrohilado	43
5.3	Electrohilado de Cell/PVA.....	43
5.4	Electrohilado de Cell/PVA/MWCNTs 1%	44
5.5	Electrohilado de Qt/PVA.....	44
5.6	Electrohilado de Qt/PVA/MWCNTs 1%	45
5.7	Electrohilado de Cell/Qt/PVA	45
5.8	Electrohilado de Cell/Qt/PVA/MWCNTs al 1 y al 3%.....	46
5.9	Caracterización morfológica de las membranas	46
5.10	Caracterización estructural de las membranas	47
5.11	Pruebas de dureza	47
5.12	Estudio de hidrofobicidad	47
5.13	Conductividad eléctrica	48
5.14	Análisis de resultados de acuerdo con el diseño de experimentos	49
VI.	RESULTADOS.....	50
6.1	Síntesis y caracterización de las CNSs.....	50
6.2	Morfología de las CNSs.....	50
6.2.1	Estadístico del diámetro de los MWCNTs.....	51
6.2.2	Análisis elemental de los MWCNTs	53
6.3	Análisis estructural de los MWCNTs.....	53

6.4	Conductividad eléctrica de los MWCNTs.....	55
6.5	Análisis morfológico preliminar de ensayo con Qt.....	55
6.6	Caracterización morfológica de todas las membranas obtenidas en este trabajo	57
6.7	Morfología de las membranas de Cell/PVA.....	57
6.7.1	Estadística del diámetro de las fibras de Cell/PVA	57
6.8	Análisis elemental de las fibras de Cell/PVA	59
6.9	Dureza de las membranas de Cell/PVA	59
6.10	Hidrofobicidad de las membranas de Cell/PVA.....	60
6.11	Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/PVA.....	60
6.12	Morfología de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%	61
6.12.1	Estadística del diámetro de las fibras de Cell/PVA/MWCNTs 1%.....	61
6.13	Análisis elemental de las fibras de Cell/PVA/MWCNTs 1%	63
6.14	Análisis FTIR de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%	63
6.15	Dureza de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%.....	64
6.16	Hidrofobicidad de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%	65
6.17	Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%	65
6.18	Morfología de las membranas de Qt/PVA.....	66
6.18.1	Estadística del diámetro de las fibras de Qt/PVA	66
6.19	Análisis elemental de las fibras de Qt/PVA	67
6.20	Dureza de las membranas de Qt/PVA	68
6.21	Hidrofobicidad de las membranas de Qt/PVA.....	68
6.22	Conductividad eléctrica de las membranas de Qt/PVA.....	69
6.23	Morfología de las membranas de Qt/PVA/MWCNTs 1%	69
6.23.1	Estadística del diámetro de las fibras de Qt/PVA/MWCNTs 1%	69
6.24	Análisis elemental de las fibras de Qt/PVA/MWCNTs 1%	71
6.25	Análisis FTIR de las membranas de Qt/PVA/MWCNTs 1%	71
6.26	Dureza de las membranas de Qt/PVA con MWCNTs 1%	73
6.27	Hidrofobicidad de las membranas de Qt/PVA/MWCNTs 1%	73
6.28	Conductividad eléctrica de las membranas de Qt/PVA/MWCNTs 1%	74
6.29	Morfología de las membranas de Cell/Qt/PVA	74

6.29.1	Estadística del diámetro de las fibras de Cell/Qt/PVA	74
6.29.2	Análisis elemental de las fibras de Cell/Qt/PVA	76
6.30	Análisis FTIR de las membranas de Cell/Qt/PVA	77
6.31	Dureza de las membranas de Cell/Qt/PVA.....	78
6.32	Hidrofobicidad de las membranas de Cell/Qt/PVA	78
6.33	Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA	79
6.34	Morfología de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.....	79
6.34.1	Estadística del diámetro de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%	79
6.34.2	Análisis elemental de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%	82
6.35	Análisis elemental de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting	83
6.36	Dureza de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%	83
6.36.1	Dureza de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting	83
6.36.2	Hidrofobicidad de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.....	84
6.36.3	Hidrofobicidad de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting	84
6.37	Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.....	85
6.37.1	Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting	85
6.38	Morfología de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.....	86
6.38.1	Estadística del diámetro de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%	86
6.38.2	Análisis elemental de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%	88
6.39	Análisis elemental de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting	89
6.40	Análisis FTIR de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1 y 3%	89
6.41	Dureza de las membranas de Cell/Qt/PVA con MWCNTs 3%	91
6.41.1	Dureza de las membranas de Cell/Qt/PVA con MWCNTs 3% casting	91
6.42	Hidrofobicidad de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.....	91
6.42.1	Hidrofobicidad de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting	92
6.43	Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.....	92
6.43.1	Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting	93
VII.	DISCUSIÓN	94
7.1	Análisis morfológico de las fibras	94
7.1.1	Análisis estadístico del diámetro de las fibras.....	95
7.2	Análisis FTIR de las membranas.....	97

7.3	Análisis elemental de las membranas	98
7.4	Análisis de dureza de las membranas	99
7.5	Análisis de Hidrofobicidad de las membranas.....	102
7.6	Conductividad eléctrica de las membranas.....	103
I.	CONCLUSIONES.....	107
I.	REFERENCIAS	109
II.	ANEXOS.....	114

Índice de Figuras

Figura II.1. Representación esquemática del Equipo de Electrohilado.(Calderón Arenas & Martínez Rincón, 2013).....	22
Figura II.2 Factores y características importantes para la obtención de andamios funcionales a partir del proceso de electrohilado.	23
Figura II.3 Comparación estructural de la Celulosa.	24
Figura II.4 Comparación estructural (a) quitina / (b) quitosana	26
Figura II.5 Representación estructural del PVA.....	27
Figura III.1 Equipo MEB-EDS modelo JEOL JSM-760DF.....	31
Figura III.2 Equipo Spectrum 400 sistema dual de plataforma para la espectroscopia optimizada del infrarrojo cercano (NIR) y del infrarrojo medio (MIR) (Perkin elmer precicely Spectrum 400 FTIR).	32
Figura III.3 Equipo PosiTector SHD.	33
Figura III.4 Equipo de Prueba del ángulo de contacto con el agua.	34
Figura III.5 Multímetro Digital Alto Voltaje 2000V AC/DC VFC NCV Unit UT892.	34
Figura IV.1 Diagrama de Flujo del procedimiento para la obtención de membranas nanoestructuradas de Cell/Qt reforzadas con MWCNTs y caracterización.....	37
Figura IV.2 Representación ilustrativa del equipo CVD: (1) argón, (2) flujómetro, (3) matraz con fracción metanólica, sumergido en baño de agua, (4) placa de calentamiento, (5) tubo de cuarzo, (6) horno tubular, (7) barra de acero inoxidable, (8) condensador, (9) bomba de agua, (10) trampa de acetona.....	38
Figura V.1 Imagen ilustrativa del proceso de obtención de los reactivos en solución, mezclas y condiciones de electrohilado con un equipo ZS100.	43
Figura V.2 Representación ilustrativa del proceso de registro de la resistencia eléctrica, en las membranas conformado por a) un generador de corriente conectado a b) un multímetro que registra la corriente aplicada. c) el campo eléctrico generado en la membrana y d) el multímetro que registra el voltaje que resiste la membrana conectada en las 4 esquinas de esta los puntos 1,2,3 y 4.	49
Figura VI.1 a) Micrografía a 11000x de resolución de la morfología de los MWCNTs obtenidos y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de los MWCNTs en las micrografías.	51
Figura VI.2 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Grafica EDS de los MWCNTs sintetizados por CVD.....	53
Figura VI.3 Señales en la banda de caracterización FTIR de los MWCNTs	54
Figura VI.4 Grafica de Análisis FTIR de Nanotubos de Carbono puros en transmitancia. (Fernández & Soberanis, 2011).....	55
Figura VI.5 a) Imagen macroscópica y b) Micrografía MEB del Electrohilado de Qt en solución de ácido acético a una resolución de 1500 x.	56
Figura VI.6 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras de Cell/PVA y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.	58
Figura VI.7 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Grafica EDS de Nanofibras de Cell/PVA.....	59
Figura VI.8 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/PVA.....	60
Figura VI.9 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Cell/PVA con MWCNTs al 1% y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras	62

Figura VI.10 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Grafica EDS de Nanofibras de Cell/PVA con inserción de MWCNTs al 1%.....	63
Figura VI.11 Señales en las bandas de caracterización FTIR del biopolímero de Cell (Bp Cell), el polímero PVA (P PVA), membrana de Cell y PVA (M Cell PVA) y con MWCNTs funcionalizados (M Cell PVA MWCNTs 1%).	64
Figura VI.12 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/PVA/MWCNTs 1%...65	
Figura VI.13 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Qt-PVA obtenidas y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.	67
Figura VI.14 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Grafica EDS de Nanofibras de Qt/PVA.	67
Figura VI.15 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Qt/PVA.	68
Figura VI.16 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Qt/PVA con MWCNTs al 1% y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del tamaño de las fibras.	70
Figura VI.17 Mapeo EDS a) Micrografía, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Grafica EDS de Nanofibras de Qt/PVA con inserción de MWCNTs al 1%.....	71
Figura VI.18 Señales en las bandas de caracterización FTIR del biopolímero de Qt (Bp Qt), el polímero PVA (P PVA), membrana de Qt y PVA (M Qt PVA) y con MWCNTs funcionalizados (M Qt PVA MWCNTs 1%).	72
Figura VI.19 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Qt/PVA/MWCNTs 1%.	73
Figura VI.20 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Cell/Qt/PVA obtenidas y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.	76
Figura VI.21 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Grafica EDS de Nanofibras de Cell/Qt/PVA.	76
Figura VI.22 Señales en las bandas de caracterización FTIR del biopolímero de Cell (Bp Cell), el polímero PVA (P PVA), biopolímero de Qt (Bp Qt), membrana de Cell, PVA y Qt (M Cell PVA Qt).	77
Figura VI.23 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/Qt/PVA.	78
Figura VI.24 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 1% obtenidas y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.	81
Figura VI.25 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Grafica EDS de Nanofibras de Cell/Qt/PVA con inserción de MWCNTs al 1%.	82
Figura VI.26 a) mapeo, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Grafica EDS de Nanofibras de Cell/Qt/PVA con inserción de MWCNTs al 1% casting.	83
Figura VI.27 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.	84
Figura VI.28 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting.....	84
Figura VI.29 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Cell-Qt-PVA con MWCNTs al 3% y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.	87
Figura VI.30 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Grafica EDS de Nanofibras de Cell/Qt/PVA con inserción de MWCNTs al 3%.	88
Figura VI.31 a) Microscopia, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Grafica EDS de Nanofibras de Cell/Qt/PVA con inserción de MWCNTs al 3% casting.....	89
Figura VI.32 Señales en las bandas de caracterización FTIR de la membrana de Cell, PVA y Qt (M Cell PVA Qt), MWCNT, membrana de Cell Qt y MWCNTs al 1% (M Cell Qt MWCNTs 1%) y membrana de Cell Qt y MWCNTs al 3% (M Cell Qt MWCNTs 3%).	90

Figura VI.33 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.	91
Figura VI.34 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting.....	92
Figura VII.1 Fibra obtenidas por electrohilado de las combinaciones Cell/PVA, Qt/PVA, Cell/Qt/PVA, Cell/PVA/MWCNTs 1%, Qt/PVA/MWCNTs 1% y Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.....	94
Figura VII.2 Micrografías de las membranas de Cell/Qt/PVA, Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% y Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.	95
Figura VII.3 Grafica representativa del comportamiento estadístico del diámetro de las fibras (análisis Tukey). ..	96
Figura VII.4 Grafica representativa del contenido elemental de las membranas.	99
Figura VII.5 Grafica representativa del comportamiento estadístico de la Dureza Shore A de las membranas. ..	100
Figura VII.6 Grafica representativa del comportamiento estadístico del ángulo de contacto de las membranas. ..	102
Figura VII.7 Grafica representativa del comportamiento estadístico del ángulo de contacto de las membranas. ..	105

Índice de Tablas

Tabla V.1 Composición de cada una de las mezclas de reactivos y soluciones desarrolladas este trabajo.....	41
Tabla V.2 Relación equimolar de solventes y reactivos.....	42
Tabla VI.1 Rendimiento obtenido de la Síntesis de CNSs.	50
Tabla VI.2 73 muestras del diámetro de los MWCNTs tomadas de las micrografías MEB (recolección de los datos).	51
Tabla VI.3 Frecuencia con la que se repiten los diámetros de los MWCNTs en las micrografías.....	52
Tabla VI.4 73 muestras del diámetro de las fibras Cell/PVA.....	57
Tabla VI.5 Frecuencia con la que se repiten las longitudes de diámetro de las Fibras de Cell/PVA.....	58
Tabla VI.6 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/PVA.	59
Tabla VI.7 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/PVA.	60
Tabla VI.8 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/PVA.	60
Tabla VI.9 73 muestras del diámetro de las fibras Cell/PVA con MWCNTs al 1%.	61
Tabla VI.10 Frecuencia con la que se repiten las longitudes de diámetro de las Fibras de Cell/PVA con MWCNTs al 1%.	61
Tabla VI.11 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/PVA/MWCNTs 1%.	64
Tabla VI.12 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/PVA/MWCNTs 1%.	65
Tabla VI.13 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%.	65
Tabla VI.14 73 muestras de diámetro de las fibras de Qt/PVA.....	66
Tabla VI.15 Frecuencia con la que se repiten las longitudes de diámetro de las Fibras de Qt/PVA.....	66
Tabla VI.16 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Qt/PVA.	68
Tabla VI.17 Parámetros de ángulo de contacto de la M Qt/PVA.....	68
Tabla VI.18 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Qt/PVA.	69
Tabla VI.19 73 muestras del diámetro de las fibras Qt/PVA con MWCNTs al 1%.	69
Tabla VI.20 Frecuencia con la que se repiten las longitudes de diámetro Fibras de Qt/PVA con MWCNTs con 1%.	70
Tabla VI.21 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Qt/PVA/MWCNTs 1%.	73
Tabla VI. VI.22 Parámetros de ángulo de contacto de la M Qt/PVA/MWCNTs 1%.	73
Tabla VI.23 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Qt/PVA/MWCNTs 1%.	74
Tabla VI.24 73 muestras del diámetro de las fibras Cell/Qt/PVA.	74
Tabla VI.25 Frecuencia con la que se repiten las longitudes del diámetro las Fibras de Cell/Qt/PVA.....	75
Tabla VI.26 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/Qt/PVA.	78
Tabla VI.27 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/Qt/PVA.	78
Tabla VI.28 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA.....	79
Tabla VI.29 73 muestras del diámetro de las fibras compuestas por Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 1%.	79
Tabla VI.30 Frecuencia con la que se repiten las longitudes del diámetro de las Fibras de Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 1%.	80
Tabla VI.31 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.	83

Tabla VI.32 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting.....	83
Tabla VI.33 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.....	84
Tabla VI.34 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% Casting.....	84
Tabla VI.35 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.	85
Tabla VI.36 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% obtenidas por casting.	85
Tabla VI.37 73 muestras del diámetro las fibras compuestas por Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 3%.....	86
Tabla VI.38 Frecuencia con la que se repiten las longitudes del diámetro de las fibras de Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 3%.	87
Tabla VI.39 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.	91
Tabla VI.40 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting.....	91
Tabla VI.41 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.....	91
Tabla VI.42 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting.	92
Tabla VI.43 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.	92
Tabla VI.44 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% obtenidas por casting.	93
Tabla VII.1 Datos estadístico descriptivos del diámetro de las fibras.....	95
Tabla VII.2 Porcentaje de masa atómica elemental presente en las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%, Qt/PVA/MWCNTs 1%, Cell/Qt/PVA, Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% y Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.....	98
Tabla VII.3 Datos estadístico descriptivos de la Dureza Shore A.....	99
Tabla VII.4 Valor en Modulo de Yong en MPa de la Dureza Shore A en las membranas.	101
Tabla VII.5 Datos estadístico descriptivos del comportamiento de las membranas en cuanto a la hidrofobicidad que presentan.	102
Tabla VII.6 Espesor de las fibras en (µm).....	103
Tabla VII.7 Conductividad Eléctrica de las membranas.	104

I. INTRODUCCIÓN

Las membranas nanoestructuradas por fibras poliméricas han mostrado mejores propiedades de biocompatibilidad y viabilidad celular similares a partes estructurales del cuerpo humano, lo que las convierte en una alternativa posible en el área biomédica así como en ingeniería de tejidos (Woodfield, 2004) en el desarrollo de hemostáticos (Malette, Quigley, Gaines, Johnson, & Rainer, 1983) dichas aplicaciones requieren propiedades como diámetros cortos en las fibras, alta porosidad, tensión superficial, propiedades conductoras entre otras.

El electrohilado es un método para generar micro y nanofibras. Esta técnica emplea fuerzas eléctricas para producir fibras de polímeros, que en combinación con las propiedades intrínsecas de cada biopolímero con los efectos que ofrecen las fibras se pueden producir materiales mejorados (Malette et al., 1983). En la elaboración de andamios las nanofibras de polímeros sintéticos y naturales han sido usados por su biocompatibilidad, biodegradabilidad, propiedades mecánicas y bajos costos. La quitosana se destaca como un biopolímero eficaz y sustentable que se obtiene a partir de la quitina, siendo el segundo biopolímero más abundante en la naturaleza después de la celulosa (Tien, Lyngstadaas, Mano, Blaker, & Haugen, 2021). La celulosa, por su parte es un recurso abundante y renovable, por lo que se destaca como materia prima accesible para diversas aplicaciones (Woodfield, 2004).

Las nanoestructuras electrohiladas a base de celulosa y quitosana son candidatos potenciales para aplicaciones en el campo de los productos farmacéuticos, no obstante, presentan deficiencias en su desempeño mecánico y propiedades eléctricas, por lo que materiales de refuerzo sintéticos son propuestos, dentro de los que se incluyen los MWCNTs (Mahdieh, Mottaghitalab, Piri, & Haghi, 2012). En esta investigación se propone el desarrollo de membranas nanoestructuradas a partir de celulosa y quitosana (Cell/Qt) reforzadas con nanotubos de carbono de pared múltiple con propiedades mecánicas mejoradas y propiedades eléctricas, obtenidas por electrohilado. Recientemente se fabricaron nanotubos de carbono biocompatibles igualando la velocidad la de conductividad eléctrica del corazón. Estos tejidos artificiales alcanzan velocidades de conducción de la excitación similares a las del tejido miocárdico nativo (Shokrgozar, Mottaghitalab, Mottaghitalab, & Farokhi, 2011).

JUSTIFICACIÓN

La necesidad de desarrollar biomateriales más eficientes y sostenibles ha impulsado el interés por la producción de materiales a partir de biopolímeros como el colágeno fibrógeno, la seda, la celulosa, la quitina y la quitosana. La celulosa, el biopolímero más abundante en la naturaleza, y la quitosana, producto de la desacetilación de la quitina, son ampliamente conocidas por su biocompatibilidad y biodegradabilidad. Las nanofibras poliméricas, por su parte, poseen diámetros muy pequeños, una gran superficie de relación área por masa y alta porosidad. Sin embargo, los biopolímeros utilizados en su elaboración no poseen individualmente buenas propiedades mecánicas, ni son conductores térmicos o eléctricos. Estas limitaciones podrían mejorarse con la formación de membranas nanoestructuradas reforzadas con materiales sintéticos como los MWCNTs. La celulosa presenta una alta capacidad de formación fibrilar, mientras que la quitosana, al ser un polication, puede interaccionar a través de sus grupos amino con los grupos hidrófilos de carga negativa (carbonilo e hidroxilo) presentes en los MWCNTs. Esta sinergia permitiría la formación de nanofibras a partir de recursos naturales abundantes, renovables y económicos, con un alto potencial de aplicación. De esta manera, se contribuye al desarrollo de materiales con mayor valor agregado.

OBJETIVOS

Objetivo general

Obtener membranas nanoestructuradas de celulosa y quitosana reforzadas mecánicamente con nanotubos de carbono de pared múltiple, con adecuada compatibilidad estructural, y conductividad eléctrica.

Objetivos específicos

Etap 1.- Síntesis de membranas nanoestructuradas de celulosa /quitosana/ nanotubos de carbono de pared múltiple.

1. Sintetizar por el método de deposición química de vapor los nanotubos de carbono multipared a partir de fracción metanólica y conocer su morfología y estructura por Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR-ATR), Microscopia electrónica de barrido (SEM) y Espectroscopia RAMAN.
2. Obtener nanofibras de celulosa/quitosana con polivinilo alcohol (Cell/Qt/PVA) como sistema de andamiaje en el proceso de electrohilado y autenticar la identidad estructural y morfológica de los componentes por FTIR-ATR Y SEM.
3. Obtener membranas a partir de fibras de celulosa/quitosana con y sin inserción de nanotubos de carbono de pared múltiple por electrohilado y evaluar la identidad estructural y morfológica de los componentes por FTIR-ATR Y SEM.

Etap 2. Determinar las características de las membranas nanoestructuradas de celulosa /quitosana con y sin nanotubos de carbono de pared múltiple.

4. Conocer las características de hidrofobicidad de las membranas nanoestructuradas por la determinación del ángulo de contacto (goniómetro).
5. Evaluar las propiedades mecánicas de dureza de las membranas nanoestructuradas de celulosa/quitosana con y sin adición de nanoestructuras de carbono a través de dureza Shore.
6. Determinar las propiedades de conductividad eléctrica de las membranas nanoestructuradas de celulosa/quitosana con y sin adición de nanoestructuras de carbono mediante la resistividad eléctrica.

HIPÓTESIS

“Es factible obtener membranas nanoestructuradas por electrohilado a partir de polímeros naturales y catiónicos como la celulosa microcristalina/quitosana, reforzadas con nanotubos de carbono de pared múltiple eléctricamente conductoras y con buena compatibilidad química y resistencia mecánica”.

II. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

En relación a la interacción y el comportamiento de la quitosana con el existe alcohol polivinílico evidencia en donde la biocompatibilidad entre ambos polímeros se hace presente y la inserción de Nanoestructuras de carbono (CNSs) es factible, en el artículo de investigación publicada por (Shokrgozar et al., 2011) utilizaron el electrohilado para fabricar nanofibras de quitosano/ alcohol polivinílico reforzadas con nanotubos de carbono de pared simple (CNTs-CL/PVA) para su posible uso en ingeniería de tejidos neuronales, obteniendo resultados favorables. Estos demostraron que los MWCNTs como fase de refuerzo pueden cambiar la morfología, la porosidad y las propiedades estructurales aumentar la porosidad y mejorar propiedades, de los compuestos de nanofibras Cell/PVA, por lo tanto, benefician la tasa de proliferación de ambos tipos de células. Además, las células fueron capaces de mantener su morfología normal mientras se integraban con las fibras circundantes. Las nanofibras fueron reabsorbidas sin respuesta inmunitaria grave, lo que indica la utilidad de los nanocompuestos por electrohilado en aplicaciones biomédicas. confirmando el potencial de los nanocompuestos SWNT-CS/PVA como andamiaje para la ingeniería del tejido neural.

Por otro lado, en relación a la unión y el comportamiento de la celulosa y el polivinilo alcohol, existe información valiosa de investigadores como (Osorio-Delgado et al., 2017) quien con su equipo de trabajo lograron obtener matrices nanocompuestas de alcohol polivinílico /celulosa bacteriana (PVA/CB) con posibles aplicaciones en el tratamiento de quemaduras y úlceras cutáneas, dichas matrices presentaron también biocompatibilidad; además, la celulosa mantuvo sus propiedades intrínsecas.

Existen registros científicos en donde se ha conseguido obtener compositos más complejos de celulosa/quitosana/nanotubos de carbono como se muestra en el trabajo de (Wang et al., 2018), quien fabricó un nuevo compuesto de lignocelulosa (LC), quitosana reticulada con glutaraldehído (GC) y nanotubos de carbono de pared múltiple mediante un proceso de prensado en caliente. Los resultados mostraron que el efecto del GC y los MWCNT fue una mejora sobre la resistencia mecánica, la estabilidad dimensional y la resistencia al fuego de los compuestos de lignocelulosa.(Wang et al., 2018) demostraron como el compuesto LC/GC/MWCNT puede ser un candidato prometedor para los compuestos ecológicos a base de madera, ampliando las aplicaciones y procesos de obtención para este tipo de complejos.

La ingeniería de tejidos se ha convertido en una alternativa médica muy importante en pacientes que necesitan regenerar tejidos dañados o perdidos mediante el uso de andamios que favorecen la adhesión y proliferación celular. Los nanomateriales de carbono (nanotubos de carbono, fullerenos, y grafeno) han sido requeridos para utilizarse como refuerzo de las propiedades mecánicas, térmicas y antimicrobianas de los tejidos, que además requieren ser biodegradables. Estas formaron membranas nano-compuestas a base de quitosano/polivinilo alcohol.

En la investigación de (Ruiz et al., 2019) se utilizó quitosana, alcohol polivinílico y nano-iones de carbono oxidado (CS/PVA/ox-CNO) para elaborar andamiajes tisulares de largo plazo. Las pruebas en vivo tras 90 días de implantación subdérmica de las películas de nanocompuestos en el tejido de ratas Wistar demostraron una buena biocompatibilidad sin reacciones alérgicas ni formación de pus. Se observó una

buena correlación entre la degradación hidrolítica del tejido y la degradación in vivo de todas las muestras, ya que el contenido de ox-CNO aumentó la estabilidad de los nanocompuestos.

Es relevante mencionar que (Shokrgozar et al., 2011) fabricó nanotubos de carbono biocompatibles igualando la conductividad eléctrica del corazón, estos tejidos artificiales alcanzan velocidades de conducción de excitación similares a las del tejido miocárdico nativo (22 ± 9 cm/s). En base a dicha información expresada en este artículo se puede asumir la existencia de otra de las muchas aplicaciones de las nanoestructuras de carbono, como potenciales conductoras eléctricas, es decir pueden facilitar la transferencia de energía eléctrica a los tejidos, actuando como nanopuentes eléctricos entre cardiomiocitos acoplándose al latido sincrónico y la función de los cardiomiocitos. Estos tejidos artificiales actuarían como parches en varios procedimientos de reparación de defectos cardiovasculares.

(Mombini et al., 2019) fabricó andamios con nanofibras a base de alcohol polivinílico, quitosano y diferentes concentraciones de nanotubos de carbono mediante electrohilado donde se demostró que el compuesto con el contenido al 1% de CNT tiene propiedades óptimas para aplicaciones cardíacas.

En relación a lo anterior y en comparación con lo que se pretende realizar en este trabajo las probabilidades de éxito proyectadas son altas, además de que existen fundamentos válidos para continuar con el proyecto.

2.2 Compositos y andamiaje en la biomédica

La ingeniería tisular se centra en el desarrollo de materiales que faciliten la regeneración o el reemplazo de tejido enfermo. En el caso del reemplazo, se puede crear un tejido "base" in vitro para su posterior implantación. Este tejido artificial, conocido como andamio (scaffold en inglés), se implanta directamente en el tejido dañado para ser colonizado por las células blanco.

Los andamios suelen fabricarse con materiales biodegradables para facilitar su integración en el tejido y su absorción por el cuerpo. Esta biodegradabilidad permite que el andamio sea reemplazado gradualmente por tejido funcional, al tiempo que previene respuestas adversas a la estructura artificial. Además, el andamio puede diseñarse para liberar agentes biológicos activos en el tejido blanco.

Es importante destacar que el material del andamio puede poseer actividad biológica intrínseca, promoviendo la migración o proliferación específica de ciertas poblaciones celulares. Actualmente, se continúa investigando el diseño de microestructuras de andamios y el desarrollo de nuevos materiales o modificaciones para optimizar su aplicación en la ingeniería tisular (Patrick Jr, Mikos, & McIntire, 1998).

2.3 Biopolímeros en andamio

Los biopolímeros, provenientes en su mayoría de recursos renovables, se han convertido en una alternativa atractiva para la industria del plástico. Estos bioplásticos pueden procesarse mediante las mismas tecnologías que los termoplásticos convencionales, como la extrusión, la inyección o el soplado.

Se clasifican en tres subgrupos: polímeros basados en recursos renovables como el almidón y la celulosa, polímeros biodegradables basados en monómeros bioderivados como los aceites vegetales y el ácido láctico, biopolímeros sintetizados por microorganismos, como los polihidroxialcanoatos (Rojas Cortés, Vallejo Díaz, & Perilla, 2008).

En la actualidad, los biopolímeros naturales tienen una gran demanda en el campo médico debido a sus características únicas, que los convierten en candidatos ideales para aplicaciones dentro del cuerpo humano. Su versatilidad, biodegradabilidad y biocompatibilidad los hacen adecuados para una amplia gama de usos, incluyendo: material médico, empaques, cosméticos, aditivos alimentarios, fabricación de ropa, tratamiento de agua, plásticos industriales, materiales absorbentes, biosensores y almacenamiento de datos.

Los biopolímeros son sintetizados por organismos vivos (plantas, animales o microorganismos) mediante enzimas que unen componentes básicos como azúcares, aminoácidos o ácidos grasos hidroxilados para formar moléculas de alto peso molecular. Su biocompatibilidad se debe a que se degradan dentro del cuerpo mediante enzimas y procesos naturales, siendo reabsorbidos sin generar efectos secundarios en los sistemas biológicos. Estas propiedades son aprovechadas por el campo médico para la administración de fármacos y la ingeniería de tejidos (Rojas Cortés et al., 2008).

2.4 Métodos de andamiaje

Un andamio eficaz debe poseer: alta porosidad, máxima área superficial, rigidez superficial, forma tridimensional específica y biodegradabilidad. La estructura porosa permite la migración celular, la capilaridad y la interacción celular (Wiesmann & Lammers, 2009). La adhesión celular también es crucial para guiar el crecimiento del tejido. La técnica de Unión de Cadenas implica la alineación de fibras impregnadas en una solución polimérica. Tras la evaporación del solvente y la fusión del polímero, se elimina la matriz, dejando las fibras unidas. Sin embargo, el control de la porosidad es limitado. En la técnica de Separación de Fases el polímero se disuelve a baja temperatura y luego se induce la separación de fases. La fase sólida se elimina, creando un andamio poroso. Esta técnica permite la incorporación de moléculas bioactivas sin afectar su actividad. La técnica de Moldeo por Fusión utiliza una mezcla de polímero en polvo, microesferas de gelatina y moldes de teflón (Hutmacher, 2001). La mezcla se lleva a la temperatura de transición vítrea del polímero, creando un material poroso (Wiesmann & Lammers, 2009).

Los andamios de polímeros biodegradables se fabrican como nanofibras y se mezclan con nanomateriales para mejorar sus propiedades. Los nanotubos de carbono, por ejemplo, se consideran una carga ideal debido a sus características mecánicas, térmicas y conductoras (Özcan, Hotza, Fredel, Cruz, & Volpato, 2021).

La elección de la técnica de fabricación depende de las propiedades deseadas del andamio y de la aplicación específica. La ingeniería de tejidos sigue avanzando, con la investigación centrada en el desarrollo de andamios más sofisticados que imiten mejor la complejidad de los tejidos nativos (Peppas & Langer, 1994).

2.5 Proceso de electrohilado

El electrohilado de polímeros se presenta como una técnica ecológica para la obtención de microfibrillas con un amplio abanico de aplicaciones, superando a sus homólogas gracias a su elevada relación superficie-área-volumen, la cual potencia la disponibilidad de sus propiedades intrínsecas.

Esta técnica destaca en el campo de los polímeros y biopolímeros, representando un alto potencial para el desarrollo de materiales ecológicos. Estos materiales, con un perfil ambiental más favorable, se perfilan como sustitutos progresivos de los sintéticos convencionales, contribuyendo a la mejora del medio ambiente.

El principio fundamental del electrohilado radica en la utilización de un campo eléctrico como fuerza motriz para el proceso de hilado (Frey, 2008).

2.6 Instrumentación y equipo de electrohilado

El electrohilado de micro y nanofibras poliméricas se basa en la aplicación de un campo eléctrico de alto voltaje a una solución polimérica. Este campo eléctrico, generado entre la boquilla de un dosificador y un colector, supera la tensión superficial de la solución cargada, provocando la expulsión de finos chorros de solución desde el capilar hacia el colector.

El chorro de solución polimérica, impulsado por el campo eléctrico, se desplaza hacia el colector, experimentando un alargamiento debido a las fuerzas externas e internas. Durante su trayectoria, el solvente presente en la solución se evapora. Los segmentos de fibra resultantes se depositan de forma aleatoria o controlada sobre el colector, generalmente una lámina metálica. La acumulación de fibras crea una membrana porosa con una estructura de red, ideal para facilitar el flujo de fluidos.

Los componentes del equipo de electrohilado se constituye de una fuente de alta tensión que proporciona la tensión eléctrica continua, típicamente en el rango de kilovoltios, necesaria para el proceso, una punta de aguja o pipeta por donde se extruye la solución polimérica y el colector conectado a tierra que actúa como punto de deposición para las fibras.

Las membranas porosas obtenidas mediante electrohilado son relevantes en diversas aplicaciones gracias a su capacidad de controlar el paso de fluidos.

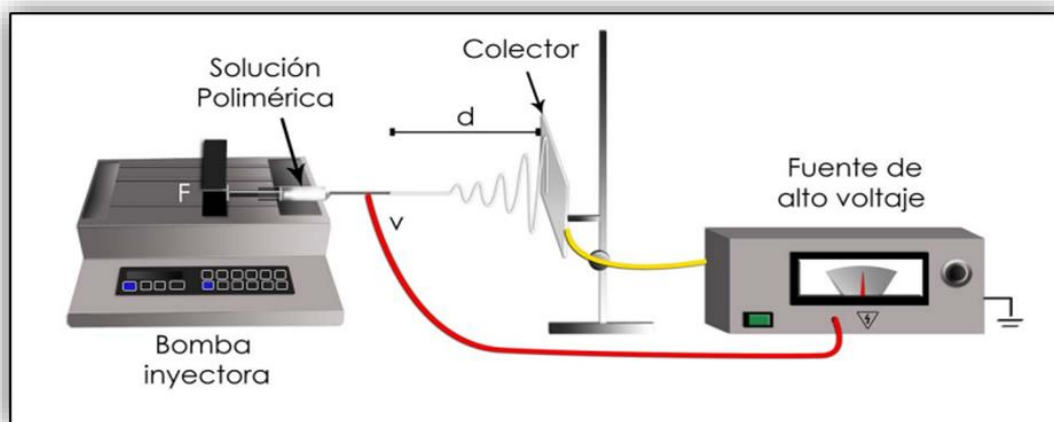


Figura II.1. Representación esquemática del equipo de electrohilado (Calderón Arenas & Martínez Rincón, 2013).

El éxito del electrohilado y las características finales de las fibras obtenidas dependen de un conjunto de parámetros cruciales que pueden agruparse en dos categorías principales:

Parámetros de la solución

- **Concentración:** La cantidad de polímero presente en la solución influye directamente en la viscosidad y, por ende, en la formación del chorro y el diámetro de las fibras.
- **Peso Molecular:** Un mayor peso molecular del polímero generalmente se traduce en una mayor viscosidad de la solución, lo que puede afectar la estabilidad del proceso.
- **Viscosidad:** Es un factor determinante en la formación del chorro y la evaporación del solvente, afectando directamente la morfología de las fibras.
- **Tensión Superficial:** Influye en la formación de la gota en la punta de la hilera y en la estabilidad del chorro durante el proceso.
- **Conductividad:** Una conductividad adecuada de la solución es esencial para la correcta aplicación del campo eléctrico y la formación de las fibras.

Parámetros ambientales

- **Humedad:** la humedad relativa del entorno puede afectar la tasa de evaporación del solvente, influyendo en la morfología y las propiedades de las fibras.
- **Temperatura:** la temperatura del ambiente también juega un papel importante en la evaporación del solvente y puede afectar la viscosidad de la solución.

El control preciso de estos parámetros, tanto de la solución como ambientales, es fundamental para obtener fibras con la morfología y el diámetro deseados (Calderón Arenas & Martínez Rincón, 2013) (Calderón Arenas & Martínez Rincón, 2013).

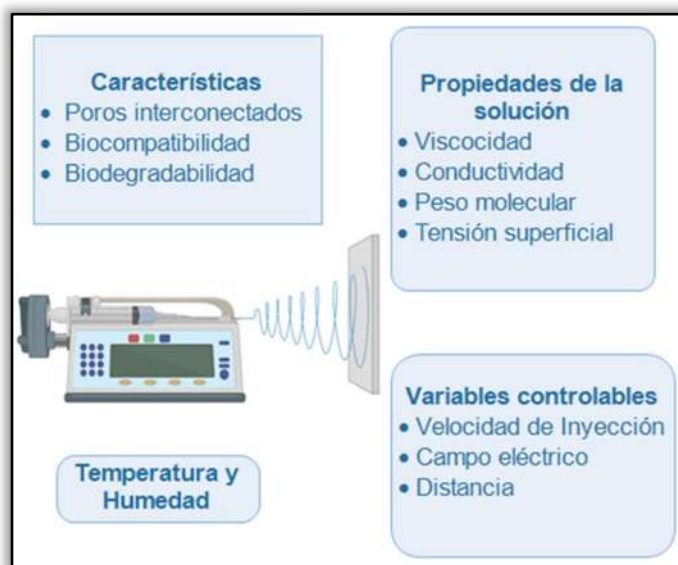


Figura II.2 Factores y características importantes para la obtención de andamios funcionales a partir del proceso de electrohilado.

2.7 Características de la quitosana y celulosa

2.7.1 Celulosa

La celulosa es un polímero natural fundamental en la estructura de las paredes celulares de plantas, madera y fibras naturales. Su estructura se basa en enlaces 1,4-β glucosídicos ($C_6H_{10}O_5$), los cuales le confieren una naturaleza semicristalina.

Las cadenas de celulosa se unen mediante puentes de hidrógeno, formando una estructura resistente y fibrosa. Para obtener fibras de celulosa, se emplean métodos mecánicos y/o químicos.

Además de su forma natural, la celulosa puede ser modificada para obtener derivados con diversas aplicaciones. Algunos ejemplos de estos derivados son: acetato de celulosa, nitrocelulosa, metilcelulosa y carboximetilcelulosa (Laurer., 2014).

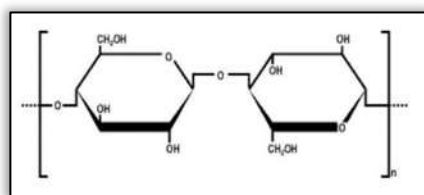


Figura II.3 Representación estructural de la celulosa.

2.7.2 Celulosa microcristalina

La celulosa microcristalina (MCC) es un derivado de la celulosa que se obtiene a partir de la despolimerización y purificación parcial de plantas fibrosas. Este biopolímero se caracteriza por ser la fracción sólida de bajo peso molecular resistente a la hidrólisis parcial controlada de la celulosa en medio ácido. Se presenta como un polvo blanco, inodoro y libre de contaminantes, con propiedades únicas como alta área superficial, porosidad, retención de humedad, dureza y rápida degradación.

La celulosa microcristalina se puede obtener a partir de diversas fuentes, incluyendo: algodón, pulpa de madera (bambú, cáscara de trigo), papeles de desecho, cáscaras de nuez, pulpa de bagazo de caña de azúcar.

El proceso de obtención busca separar la celulosa alfa (nativa) de las fracciones beta y gamma. Un procedimiento que involucra, hidrólisis ácida, este se realiza mezclando la pulpa de alta pureza con ácido clorhídrico en un reactor a 100°C durante 60 minutos, neutralización y lavado: centrifugando y lavando con agua desionizada hasta alcanzar un pH neutro, luego la masa húmeda se seca a 55-60°C y por último el producto seco se muele hasta obtener el tamaño de partícula deseado.

Las propiedades de la celulosa microcristalina la hacen adecuada para diversas aplicaciones. Su grado de polimerización oscila entre los 220 y 340 unidades de glucosa, considerablemente menor que la celulosa natural de (300-15000 unidades).

En la industria farmacéutica (Rathke & Hudson, 1994) la celulosa microcristalina se utiliza principalmente como agente de control reológico regulando la viscosidad y flujo de formulaciones líquidas, como aglutinante permitiendo la formación de comprimidos y cápsulas y como excipiente actuando como

sustancia inactiva en la fabricación de medicamentos. Entre sus aplicaciones terapéuticas (Rathke & Hudson, 1994) se encuentran tratamiento de la absorción de ácidos biliares y tratamiento de la gastritis alcalina.

La celulosa microcristalina es un biopolímero versátil con diversas aplicaciones, especialmente en la industria farmacéutica. Su obtención a partir de fuentes renovables y su biocompatibilidad la convierten en un material prometedor para el desarrollo de productos innovadores y sostenibles.

2.7.3 Electrohilado de celulosa

Las nanoestructuras electrohiladas a base de celulosa y sus derivados se presentan como candidatos potenciales para aplicaciones en el campo farmacéutico. Esto se debe a sus propiedades de disolución, utilidad y liberación controlada de fármacos.

Las fibras electrohiladas submicrométricas a base de celulosa y sus derivados han destacado entre los biomateriales debido a que la celulosa es un recurso natural renovable, abundante, su obtención y procesamiento resultan económicos y es biodegradable.

La celulosa posee la capacidad de formar fibras con elevadas propiedades mecánicas intrínsecas. Esto se atribuye a sus extensos enlaces de hidrógeno inter e intramoleculares. Además, presenta la ventaja de contar con numerosos grupos reactivos que posibilitan la formación de enlaces cruzados entre las cadenas poliméricas y promueven la interacción con otros polímeros.

La celulosa también se caracteriza por su estabilidad térmica y resistencia química relativamente alta (Han, Youk, Min, Kang, & Park, 2008), en comparación con otros biopolímeros, lo que amplía sus posibilidades de aplicación.

El método de solvente NaOH/urea ha sido ampliamente utilizado para disolver celulosa de manera homogénea. Este método destaca por ser de disolución rápida y eficiente a bajas temperaturas: el rango óptimo para la disolución se encuentra entre -5 y -12 °C, logrando disolver celulosa a concentraciones del 4 al 8% (Olmos, 2016), lo que resulta adecuado para la fabricación de nuevos materiales compuestos.

2.8 Quitosana

La quitosana es un biopolímero natural que se obtiene a partir de la desacetilación de la quitina, un polisacárido abundante en la naturaleza. La quitina se encuentra principalmente en el exoesqueleto de crustáceos como camarones, langostas y cangrejos, así como en algunas algas y hongos.

La quitosana es un material biodegradable, no tóxico y biocompatible, lo que la convierte en un candidato atractivo para diversas aplicaciones industriales. Sus propiedades biológicas y químicas únicas han impulsado su creciente popularidad en los últimos años.

La unidad de repetición de la quitosana está formada por dos monómeros: N-acetil-D-glucosamina: β -(1-4)-2-acetamino-2-deoxi- β -D-glucosa y N-amino-D-glucosamina: β -(1-4)-2-deoxi β -D-glucopiranosas. Los grupos amino son los principales sitios para modificaciones químicas que permiten ajustar las propiedades de la quitosana según la aplicación deseada. El grado de desacetilación es un parámetro crucial que define la relación entre N-amino-D-glucosamina y N-acetil-D-glucosamina en la estructura de la quitosana.

El DDA determina la distinción entre quitina y quitosana, además de influir significativamente en las propiedades del biopolímero (Pérez & Otocani, 2022).

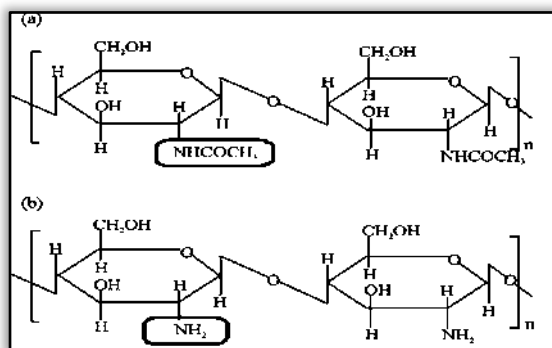


Figura II.4 Representación estructural (a) quitina / (b) quitosana

2.8.1 Electrohilado de quitosana

El electrohilado de quitosana ha surgido como una tecnología prometedora para el desarrollo de nuevos materiales ecológicos con aplicaciones en biomedicina y protección ambiental.

Las nanofibras de quitosana obtenidas por electrohilado presentan un gran potencial en áreas como la ingeniería de tejidos ya que las nanofibras pueden actuar como andamios tridimensionales para el crecimiento celular y la regeneración de tejidos, por sus propiedades biocompatibles y antimicrobianas, la quitosana es ideal para la creación de apósitos para heridas, las nanofibras pueden encapsular y liberar fármacos de forma controlada.

Las características únicas de las nanofibras de quitosana, como su alta relación superficie-volumen y su buena resistencia mecánica (especialmente en combinación con otros polímeros), las convierten en materiales versátiles para diversas aplicaciones.

El electrohilado de quitosana se realiza generalmente utilizando una solución del polímero en ácido acético. El proceso implica disolver la quitosana en ácido acético para obtener una solución homogénea, la solución se carga en una jeringa con una aguja conectada a una fuente de alto voltaje, al aplicar un alto voltaje, la solución polimérica se estira y forma un chorro que se dirige hacia un colector. El disolvente se evapora durante el proceso, lo que lleva a la solidificación de las nanofibras en el colector (Tien et al., 2021).

2.9 Alcohol polivinílico

El alcohol polivinílico es un polímero sintético biodegradable y soluble en agua con la fórmula química general $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n$. Su versatilidad lo convierte en un material ampliamente utilizado en diversas industrias, desde la biotecnología y la medicina hasta la alimentaria, farmacéutica, cosmética y de tecnología de envases. El PVA se considera un material clave en la producción de plásticos más sostenibles. Su obtención se realiza a través de la hidrólisis del acetato de polivinilo.

La nanotecnología ha demostrado un enorme potencial para la creación de productos innovadores con el PVA, ofreciendo beneficios significativos para la salud humana y el medio ambiente. El PVA es un polímero altamente polar, químicamente resistente y soluble en agua. Además, presenta una excelente miscibilidad con otros polímeros naturales como la celulosa y la quitosana.

La combinación del PVA con grafeno en la fabricación de nanocompuestos permite mejorar sus propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas. Estas características optimizadas amplían aún más el rango de aplicaciones potenciales del PVA en áreas como la electrónica, la energía y la catálisis (Montes Pérez, 2020).

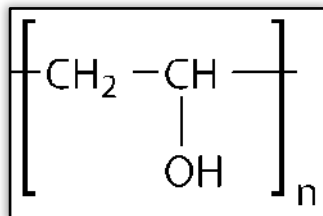


Figura II.5 Representación estructural del PVA.

2.9.1 Celulosa/quitosana

La combinación de quitosana y celulosa en recubrimientos y películas ha demostrado mejorar tanto las propiedades mecánicas como la actividad bactericida. Esta sinergia ha impulsado la investigación hacia la creación de nanofibras híbridas con propiedades aún más prometedoras. Sin embargo, la disolución de ambos polímeros en un sistema común ha sido un desafío debido a su solubilidad selectiva.

A pesar de estas dificultades, se han logrado fabricar con éxito nanofibras híbridas de quitosana y celulosa mediante electrohilado. Este proceso utiliza derivados de éster de ambos polímeros, específicamente acetato de celulosa y acetato de dibutilil quitina, que posteriormente se someten a hidrólisis alcalina para obtener celulosa y quitosana (Anisie, Oancea, & Marin, 2023) (Azuma, Ifuku, Osaki, Okamoto, & Minami, 2014).

La combinación de quitosana con celulosa ha demostrado ser beneficiosa, mejorando la estabilidad hidrolítica y las propiedades mecánicas de las fibras. Estas características las hacen especialmente adecuadas para su aplicación como andamios en biomedicina (Obert, 1973) (Numnuam, Thavarungkul, Kanatharana, & chemistry, 2014) (Agulló, Rodríguez, Ramos, & Albertengo, 2003).

2.9.2 Fracción metanólica como precursor para obtener CNSs

Durante la destilación de productos de fermentación de caña azúcar para la producción de ron, se obtiene una fracción metanólica como subproducto. Esta fracción se origina a partir de la fermentación de las pectinas presentes en la materia prima.

El metanol se genera durante el proceso de destilación mediante la desmetilación de las pectinas, es decir, la eliminación de un grupo metilo (-CH₃) de su estructura.

La fracción metanólica se caracteriza por su falta de pureza y está compuesta aproximadamente por 60% de metanol principal componente de la fracción, 30% de etanol (alcohol etílico) presente en menor proporción y 10% de agua contenido acuoso residual. Además de estos componentes principales, la fracción metanólica también contiene trazas de otros compuestos residuales del proceso de destilación, como azúcares e impurezas (Arroyo-Arroyo, 2022).

2.9.3 Nanoestructuras de carbono

El carbono es un elemento único debido a su capacidad de formar una amplia variedad de estructuras, un fenómeno conocido como alotropía. Esta diversidad se manifiesta en la forma y propiedades de sus diferentes alótropos (Qi et al., 2003). Entre los nanomateriales de carbono, se encuentran:

- Fullerenos: estructuras esféricas y elipsoidales.
- Nanotubos de carbono: estructuras cilíndricas.
- Diamante: estructura cristalina tridimensional.
- Grafeno: estructura bidimensional de átomos de carbono dispuestos en una red hexagonal.

Estudios recientes han demostrado que la adición de nanotubos de carbono de pared simple a mezclas poliméricas de celulosa y quitosana mejora las propiedades mecánicas y estructurales en comparación con el electrohilado de biopolímeros sin CNT (Zhou et al., 2018).

Las nanoestructuras de carbono, particularmente los CNT, han despertado gran interés científico en la elaboración de andamios debido a sus propiedades térmicas y conductoras (Zhou et al., 2018). Estas características los hacen ideales para la industria de semiconductores en la producción de películas delgadas (Pok et al., 2014).

La hidrofobicidad inherente a los CNT puede dificultar su dispersión y miscibilidad con otros materiales. Sin embargo, la funcionalización de los CNT con grupos hidrófilos como -OH y -COOH mejora su solubilidad e interacción.

El quitosano, un biopolímero hidrofílico con grupos amino, hidroxilo primario y secundario, puede formar enlaces de hidrógeno con los grupos carboxilo e hidroxilo de los CNT funcionalizados. Esta compatibilidad e interacción mejoran la dispersión, la adhesión interfacial y las propiedades mecánicas del material resultante (Gómez Sanchez, 2020).

2.9.4 Métodos de síntesis de CNSs

Existen varios métodos de obtención de Nanoestructuras de carbono los cuales se basan en someter a los materiales con alto contenido de carbono a altas temperaturas, mostrando diferentes morfologías y propiedades (Journet et al., 1997). Algunos de los métodos más utilizados para sintetizar nanoestructuras de carbono son:

- Método de descarga de arco eléctrico.
- Método por electrólisis.
- Método de ablación láser.
- Método de deposición química de vapor.

2.9.5 Síntesis de CNSs

La Deposición Química de Vapor (CVD) es un proceso químico ampliamente utilizado para producir nanoestructuras de carbono de alta pureza y rendimiento. Este método ofrece versatilidad en la síntesis de diversas nanoestructuras, incluyendo nanotubos de carbono de una o varias paredes, grafeno, fullerenos, y nanoesferas.

En un proceso CVD, el sustrato se expone a uno o más precursores volátiles en forma de vapor. Estos precursores reaccionan o se descomponen en la superficie del sustrato, dando lugar al depósito deseado. Durante la síntesis, se generan subproductos volátiles que son eliminados mediante un flujo de gas que atraviesa la cámara de reacción.

Diversos factores influyen en las características de las nanoestructuras de carbono obtenidas por CVD. La elección del precursor impacta directamente en la estructura del nanomaterial resultante. Factores como el tipo de gas de arrastre, la presión del flujo, la temperatura del horno, la forma de la cámara de reacción y el tipo de colectores utilizados juegan un papel crucial en la morfología y propiedades de las nanoestructuras.

La versatilidad del proceso CVD permite obtener una amplia gama de nanoestructuras de carbono con diversas aplicaciones, entre las que destacan los nanoaditivos para almacenamiento de energía que mejoran la capacidad y eficiencia de almacenamiento en baterías y supercondensadores, nanotransistores; componentes esenciales en la electrónica de próxima generación, soportes de catalizadores; aumentando la eficiencia y selectividad de las reacciones químicas y como elementos fundamentales en la nanotecnología y la fabricación de dispositivos a nano escala.

La síntesis de nanomateriales de carbono por CVD suele recurrir a productos petroquímicos debido a su alto contenido de carbono. Sin embargo, se busca aplicar los principios de la química verde para minimizar el impacto ambiental.

Sin embargo, se siguen explorando y experimentando con precursores alternativos y procesos más sostenibles a su vez este método busca minimizar el uso de sustancias tóxicas y la generación de residuos (Gutiérrez-García et al., 2019).

La deposición química de vapor se posiciona como una técnica esencial en la producción de nanoestructuras de carbono. La continua investigación en este campo se centra en optimizar el proceso, explorar nuevos precursores y desarrollar aplicaciones innovadoras, siempre con un enfoque en la sostenibilidad y la responsabilidad ambiental.

2.10 Diseño experimental

El diseño experimental es una herramienta fundamental en la investigación científica que permite establecer relaciones de causa y efecto entre variables. Este enfoque sistemático implica una serie de etapas clave:

1. Definición de variables e hipótesis
2. Método de medición y grupo de control
3. Manipulación de variables y control de factores

4. Procesamiento de datos y análisis

Una vez recolectados los datos, se procede a su procesamiento, la interpretación de los datos que consiste en dar significado a los datos numéricos obtenidos, sintetizar y simplificar la información, organizar los datos en categorías relevantes y la elaboración de gráficos que permitan representar visualmente los resultados para facilitar su comprensión. Finalmente, se realiza un análisis descriptivo y comparativo de los datos para obtener conclusiones significativas y responder al objetivo de la investigación (Gutiérrez, 2010).

III. CARACTERIZACIÓN

Las técnicas de caracterización de materiales son esenciales en la ciencia de materiales. Estas técnicas proporcionan información crucial sobre las características y propiedades de un material específico. Para lograr esto, se basan en la evaluación y análisis de muestras que han sido cuidadosamente preparadas.

3.1 Microscopía electrónica de barrido

La Microscopía Electrónica de Barrido (MEB-EDS) con microsonda de análisis elemental acoplada es una técnica fundamental para la caracterización de materiales. Este equipo permite observar la superficie de los materiales con gran detalle, obteniendo imágenes hasta 1 000 000 de aumentos y una resolución de hasta 3 nm en presión variable (Suárez, Martínez, & Cortizas, 2011).

El funcionamiento del MEB-EDS se basa en la incidencia de un haz de electrones sobre una muestra conductora. Este haz se enfoca en un punto específico y realiza un barrido de la superficie. La interacción entre el haz de electrones y la muestra genera la emisión de diferentes señales, como: electrones retrodispersados, electrones secundarios y rayos X. Estas señales son capturadas por detectores que las procesan y transforman en señales eléctricas. Finalmente, estas señales eléctricas se codifican como píxeles en un monitor, formando la imagen.

El Microscopio Electrónico de Barrido está equipado con un detector de energía dispersiva. Este detector captura los rayos X característicos emitidos por la muestra al interactuar con el haz de electrones.

El sistema EDS funciona cuando los rayos X inciden en el detector y generan pulsos eléctricos, la dimensión de estos pulsos es directamente proporcional a la energía de los fotones, un analizador de pulsos eléctricos procesa la información y genera una gráfica representativa de las pulsaciones.

El sistema EDS permite obtener una visualización gráfica de todos los elementos presentes en una muestra esta característica convierte al MEB-EDS en una herramienta ideal para complementar el análisis de microscopía electrónica de barrido (Goldstein, Soroka, Frušić-Zlotkin, Popov, & Kohen, 2014).



Figura III.1 Equipo MEB-EDS modelo JEOL JSM-760DF.

3.2 Espectroscopia infrarroja con transformada de fourier FTIR

La espectroscopia FTIR es un método analítico no destructivo que permite la identificación y cuantificación de materiales orgánicos e inorgánicos en tiempo real. Esta técnica se basa en la interacción de la radiación infrarroja con la materia. La región IR del espectro electromagnético se encuentra entre 2500 y 16000 nm (Dresselhaus & Araujo, 2010). Al pasar la radiación IR a través de una muestra, ciertas longitudes de onda son absorbidas por los enlaces químicos presentes, generando un espectro único que funciona como una "huella digital" molecular.

La espectroscopía infrarroja analiza las vibraciones moleculares, y cada grupo funcional presenta bandas de absorción características en el espectro IR. Estas bandas permiten identificar los grupos funcionales presentes en una muestra y, a partir de ahí, determinar la composición química de la misma.

Los espectros FTIR se pueden obtener en modo de transmitancia o absorbancia, la transmitancia representa la fracción de radiación IR que atraviesa la muestra sin ser absorbida y de absorbancia que representa la cantidad de radiación IR absorbida por la muestra. Ambos espectros proporcionan información complementaria sobre la composición de la muestra. Las bandas de absorción se observan como picos en el espectro de absorbancia y como valles en el espectro de transmitancia.

El accesorio de Reflectancia Total Atenuada amplía aún más las capacidades del FTIR, permitiendo analizar muestras sin preparación previa, como sólidos de baja solubilidad, películas, fibras, geles, pastas, adhesivos y polvos (Vankeirsbilck et al., 2002).



Figura III.2 Equipo Spectrum 400 sistema dual de plataforma para la espectroscopia optimizada del infrarrojo cercano (NIR) y del infrarrojo medio (MIR) (Perkin Elmer Spectrum 400 FTIR).

3.3 Evaluación de dureza

La dureza Shore destaca como un método sencillo y rápido para evaluar la dureza, especialmente en materiales blandos y flexibles, este método se basa en las normas ASTM D2240 e ISO 868, y proporciona lecturas en una escala de 0 a 100. El ensayo de dureza Shore implica la aplicación de un durómetro con un indentador específico sobre la superficie del material. La profundidad de penetración del indentador se traduce en una lectura de dureza.

Se utiliza una probeta con un espesor mínimo de 6 mm, se realiza al menos 5 mediciones en diferentes puntos de la muestra, y se mantiene una distancia mínima de 6 mm entre cada punto de medición.

La escala Shore A es ideal para materiales blandos, flexibles y elastómeros, la fuerza aplicada en esta escala es de 8.050 N utilizando un indentador cónico truncado con un ángulo de 35°, el rango de medición típico es de 10 a 90 Shore A, con una precisión de ± 20 Shore A (Wang et al., 2018).

La dureza Shore ofrece una evaluación rápida y sencilla de la resistencia a la indentación de un material. Su aplicación se extiende a una variedad de industrias, desde la fabricación de neumáticos hasta la producción de dispositivos médicos, proporcionando información crucial para el control de calidad y la selección de materiales (Santos, Yenque, Rojas, & Rosales, 2001).



Figura III.3 Equipo PosiTector SHD.

3.4 Evaluación de hidrofobicidad

La humectabilidad de una superficie, es su capacidad para ser mojada por un líquido. Un método ampliamente utilizado para evaluar la humectabilidad es la medición del ángulo de contacto, este ensayo consiste en depositar una gota de líquido, como agua desionizada, sobre la superficie de un material y capturar una imagen de la gota utilizando una cámara de alta resolución (Huhtamäki, Tian, Korhonen, & Ras, 2018).

El goniómetro, es un instrumento óptico especializado, que permite medir con precisión el ángulo formado entre la tangente a la gota en el punto de contacto trifásico (líquido-sólido-aire) y la superficie del material. El ángulo de contacto no es una propiedad intrínseca del sólido, sino que depende de la interacción entre el líquido y la superficie del material.

Una mayor tensión superficial del líquido tiende a aumentar el ángulo de contacto, haciendo que la gota sea menos propensa a extenderse, las superficies con alta energía superficial, como las hidrofílicas, atraen más al líquido, resultando en un ángulo de contacto bajo, la fuerza de gravedad puede afectar la forma de la gota, especialmente en superficies inclinadas o con texturas rugosas.

Un ángulo de contacto bajo se presenta entre los (0° a 30°), indica una superficie hidrofílica, la gota se extiende sobre la superficie, buscando maximizar el área de contacto. Un ángulo de contacto alto (mayor a 90°) sugiere una superficie hidrofóbica, la gota tiende a minimizar el contacto con la superficie, adoptando una forma más esférica.

La medición del ángulo de contacto es una técnica fundamental para comprender y controlar la interacción entre líquidos y superficies sólidas, con aplicaciones que se extienden a una amplia gama de industrias y campos de investigación (Karbasi & Alizadeh, 2017).



Figura III.4 Equipo de prueba del ángulo de contacto con el agua (goniómetro).

3.5 Evaluación de las propiedades eléctricas

Una forma efectiva de evaluar las propiedades de un material es a través de la resistencia y la intensidad de corriente, las cuales se pueden obtener mediante un circuito en serie. En este contexto, el método propuesto por (Van der Pauw, 1958) ofrece una metodología robusta para medir la resistencia por conductividad.

Este método consiste en la aplicación de corriente y medición de voltaje, se realizan ocho mediciones en total, intercambiando el orden de la corriente y el voltaje en cada punto, con las ocho mediciones, se calcula un promedio aproximado de la resistencia, para obtener el cálculo de la resistencia se consideran tanto el área transversal de las muestras tomadas de las membranas fabricadas como el grosor promedio de las mismas.

Este método, como lo describe (Soto Gonzales & Valiengo Valeri, 2011), permite una evaluación precisa de las propiedades del material a partir de mediciones eléctricas.



Figura III.5 Multímetro digital de alto voltaje 2000V AC/DC VFC NCV Unit UT892.

IV. METODOLOGÍA Y MATERIALES

4.1 Materiales y reactivo

A continuación, se describen brevemente la obtención y características principales de los materiales y reactivos requeridos para el presente trabajo.

Celulosa Microcristalina: Cellulose microcrystalline Powder 20 μm producto Number 310697 CAS Number: 9004-34-6 MDL: MFCD00081512 adquirido de Sigma-Aldrich, J. T. Baker Es un producto blanco, inodoro despolimerizada y purificada alfa-celulosa $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$ a partir de plantas fibrosas, bajo peso molecular, resistente a la hidrólisis parcial controlada en medio ácido. Densidad: 1.5 g/cm³ (20 °C), Temperatura de ignición: 232 °C Valor de pH 5 - 7.5 (100 g/l, H₂O, 20 °C) (pasta húmeda).



Quitosana: Chitosan low molecular weight 448869 Deacetylated chitin, Poly (D-glucosamine) Number de CAS: 9012-76-4 FM: $(\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_9)_n$ Number MDL: MFCD00161512 Sigma-Aldrich J. T. Baker powder mol peso 50,000-190,000 Da viscosidad 20-300 CP, 1 % agua en 1% ácido acético (25 °C, Brookfield) (lit.) soluble en medio acuoso ácido.



PVA (alcohol vinílico): Poliviny alcohol P8136, 87-90% hydrolyzed, average mol wt 30,000-70,000 Sigma-Aldrich J. T. Baker, PVA, PVOH, Ethenol Fórmula lineal: $[-\text{CH}_2\text{CHOH}-]_n$, Número de CAS: 9002-89-5, Número MDL: MFCD00081922 NACRES: NA.21. powder, viscosidad 4-6 CP, 4 % in H₂O (20 °C) (lit.) solubilidad en agua. posee una alta resistencia mecánica, biocompatibilidad y no toxicidad.



Ácido Acético: Ácido acético cristizable $\geq 99.7\%$ (by GC, corrected for water content), BAKER ANALYZED® ACS libre de aldehído, J.T. Baker® Fórmula: H_3CCOOH , MW: 60.05 g/mol, Boiling Pt: 118 °C (1013 hPa), Mezcla Pt: 17 °C, Densidad: 1.05 g/cm³ (20 °C), Flash Pt: 38.5 °C, Storage Temperatura: Ambiente, MDL Number: MFCD00036152, Núm. CAS: 64-19-7, EINECS: 200-580-7, UN: 2789, ADR: 8, II y IR: 01-2119475328-30.



Urea: Urea for synthesis. CAS No. 57-13-6, EC Number 200-315-5. Compuesto químico cristalino e incoloro, Carbamide, Carbonyl diamide, Diaminomethanone, Carbonyldiamine, Masa molar: 60.05 g/mol Fórmula química: $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ Fórmula Hill: $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ Oma-Aldrich, J.T. Baker, Densidad: 132 g/cm³ (20 °C), Punto de fusión: 14 °C, Valor de pH 7.5 - 9.5 (480 g/l, H₂O, 25 °C), Presión de vapor: 0.1 hPa (25 °C), Densidad aparente: 70 - 760 kg/m³, Solubilidad 1000 g/l.



Hidróxido de Sodio: Soda caustic N° CAS: 1310-73-2 Número CE: 215-185-5 Masa molar: 40 g/mol Fórmula química: NaOH Fórmula Hill: HNaO Grado: ACS, Reag. Ph Eur, ISO, Densidad: 213 g/cm³ (20 °C), Punto de fusión: 318 °C Valor de pH 14 (100 g/l, H₂O, 20 °C), Presión de vapor: 24 hPa (20 °C), Solubilidad: 1090 g/l.



Acetona: Acetone 179124, ACS reagent, ≥99.5%, Fórmula lineal: CH₃COCH₃, Número de CAS: 67-64-1, Peso molecular: 58.08, Beilstein: 635680, Número de EC: 200-662-2, Número MDL: MFCD00008765, eCl@ss: 39021201, ID de la sustancia en Pub Chem: 329751579, NACRES: NA.02 Compuesto químico que se presenta como un líquido incoloro de olor característico. Sigma-Aldrich, J. T. Baker. densidad de vapor 2 (vs air), Presión de vapor: 184 mm Hg (20 °C), ensayo ≥99.5%, forma líquida caducidad recomendada de 2 años, lim. expl. 13.2 %.



Argón: Elemento químico de número atómico 18, símbolo Ar gas noble, incoloro e inerte. Grupo INFRA en tanque de gas, Configuración electrónica: [Ne] 3s²3p⁶, Masa atómica: 39.948 uma, Número atómico: 18, Electrones por nivel: 2,8,8, Radio atómico: 71 pm.



Fracción Metanólica: proveniente de la fermentación de caña de azúcar, es un residuo recuperado de un proceso para la destilación de alcohol específicamente de ron de caña de azúcar. Está compuesta aproximadamente por 60% de metanol principal componente de la fracción, 30% de etanol (alcohol etílico) presente en menor proporción y 10% de agua contenido acuoso residual.



4.2 Diagrama de proceso para la metodología

En la Imagen (Diagrama de Flujo) se representa gráficamente el proceso metodológico que se llevó a cabo para desarrollar este proyecto.

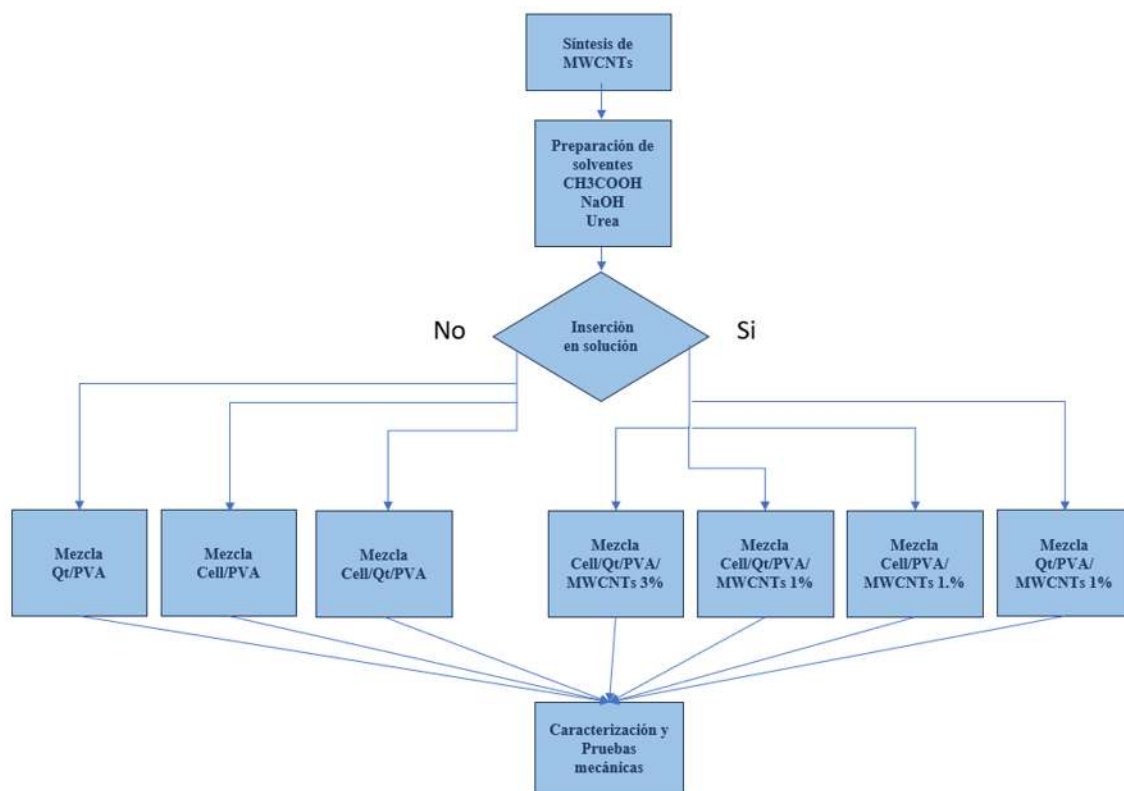


Figura IV.1 Diagrama de flujo del procedimiento para la obtención de membranas nanoestructuradas de Cell/Qt reforzadas con MWCNTs y caracterización.

4.3 Síntesis de CNSs

Para iniciar el proceso experimental, se empleó el método de deposición química de vapor para la obtención de CNSs a partir de una fracción metanólica. El CVD es el método más versátil en comparación con otras técnicas de síntesis de nanomateriales. Este método se puede llevar a cabo a presión atmosférica, lo que simplifica su implementación, implica un menor consumo de energía en comparación con otros métodos de síntesis, puede usar diferentes precursores y catalizadores y se pueden obtener diferentes nanomateriales.

El proceso de síntesis se replicó en base a la información de literatura científica (artículos y trabajos previos), y se contó con el apoyo del equipo y la asesoría del Posgrado en Ciencias en Ingeniería Mecánica y el Posgrado en Ciencias y en Tecnología de la Madera de la UMSNH (Arroyo-Arroyo, 2022).

La síntesis de CNSs se llevó a cabo mediante un proceso de pirólisis, utilizando 20 ml de fracción metanólica como precursor llevado a ebullición en un destilador utilizando argón como gas de arrastre con un flujo de 30-35 ml/min con el propósito de que el argón minimicé la probabilidad de reacción del precursor con el oxígeno presente durante el proceso y transporté el precursor vaporizado hacia el reactor, el cual consistió en un tubo de cuarzo dentro de un horno tubular a 750°C utilizando una barra de acero

inoxidable como catalizador. A la salida del reactor, se instaló un condensador y una trampa de acetona para capturar los residuos que no se pirolizaron.

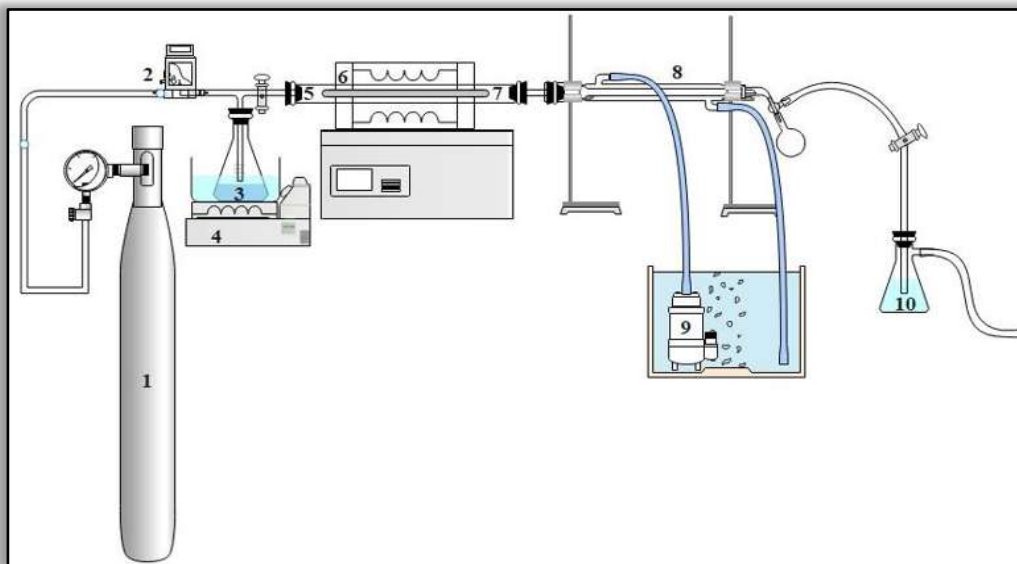


Figura IV.2 Representación ilustrativa del equipo CVD: (1) argón, (2) flujómetro, (3) matraz con fracción metanólica, sumergido en baño de agua, (4) placa de calentamiento, (5) tubo de cuarzo, (6) horno tubular, (7) barra de acero inoxidable, (8) condensador, (9) bomba de agua, (10) trampa de acetona.

4.3.1 Caracterización morfológica de las CNSs

El material obtenido, compuesto por nanotubos de carbono de pared múltiple, se caracterizó utilizando diversas técnicas para determinar su morfología, composición y confirmar su correcta fabricación.

Se empleó la técnica de MEB-EDS para analizar el estado morfológico y la composición del material. La observación de las micrografías obtenidas corroboró la formación de MWCNTs mediante el método de síntesis utilizado.

Análisis y procesamiento de los datos

Se utilizó el programa Image J para capturar, analizar y realizar mediciones precisas de los MWCNTs presentes en las imágenes. Con el apoyo del software estadístico STATISTICA 7, se creó una tabla de registro de parámetros y una gráfica para facilitar el análisis. Considerando la cantidad de unidades observadas en las micrografías, los datos de la dureza y la hidrofobicidad, se tomó como "muestra infinita" para determinar los parámetros estadísticos de los MWCNTs utilizando la formula siguiente.

$$n = (Z_{\infty}^2) (p) (q) / (e^2)$$

donde:

Z_{∞} = estadístico dependiente del nivel de confianza.

p = probabilidad de ocurrencia del evento.

q = probabilidad de ocurrencia del evento.

e = margen de error (estimación de error Max aceptado)

El margen de error es información que representa el rango de variación aceptable en los resultados, reconociendo que los datos recopilados no son perfectamente precisos, controlar este margen es crucial para asegurar la confiabilidad de las conclusiones.

Seleccionar una muestra aleatoria de la población ayuda a minimizar sesgos y aumentar la representatividad de los datos y un tamaño mayor de la muestra generalmente conduce a un menor margen de error, ya que proporciona una representación más precisa de la población total. A medida que aumenta el tamaño de la muestra, también lo hace el nivel de confianza en los resultados.

Los niveles de confianza más comunes en estadística son 90%, 95% y 99%. En este trabajo, se optó por un nivel de confianza del 95% (López, 2004).

Se sustituyeron los valores en la ecuación, donde:

Z: tiene un valor de 1.96 al cuadrado.

p: con un valor de 0.95.

q: (1 - p), con un valor de 0.05 al cuadrado

La fórmula resultante es:

$$n = (1.96)^2 * (0.95) * (0.05) / (0.05)^2$$

Calculando la ecuación, se obtuvo un tamaño de muestra necesario (n) para cada una de las pruebas realizadas, respecto a esta información obtenida considerando que $q = 0.05$ (σ)

Se utilizó la ecuación:

$$X \pm t \sigma / 2 S / \sqrt{n}$$

Donde:

X = media

$\sigma / 2 = 0.025$ (se utilizó el valor de la tabla en (Levin & Rubin, 2004) para conseguir el valor de t “grado de libertad” n-1)

$t \sigma / 2 S / \sqrt{n}$ = margen de error

se despeja $S / \sqrt{n}$

Donde:

S = desviación estándar

n = tamaño de la muestra (obtenido en la ecuación de “muestra infinita”)

este resultado se multiplica por $t \sigma / 2$

4.3.2 Caracterización FTIR de los MWCNTs

Para autenticar la entidad de los componentes de los MWCNTs, se utilizó la espectroscopia FTIR. Esta técnica permitió detectar los grupos funcionales de los MWCNTs.

Los espectros FTIR obtenidos se procesaron y graficaron utilizando el programa de computadora Origin 2017. Se realizó un análisis cualitativo de las señales presentes en los espectros para determinar la presencia de grupos funcionales específicos en los MWCNTs funcionalizados.

4.3.3 Conductividad eléctrica de los MWCNTs

La conductividad eléctrica de los MWCNTs se determinó a partir de mediciones de resistividad eléctrica. Existe una relación inversa entre la resistividad y la densidad de corriente para un campo eléctrico dado, esto quiere decir que, a mayor resistividad, se requiere un campo eléctrico mayor para producir una densidad de corriente específica, y viceversa.

Para medir la resistividad en los MWCNTs, se formó una lámina de MWCNTs con dimensiones de 2.5 cm x 3 cm, la lámina de MWCNTs se conectó a un multímetro, asegurando un buen contacto eléctrico entre las pinzas del multímetro y la muestra y se aplicó un voltaje constante de 10 kV a través de la lámina de MWCNT, por último se registraron los valores de resistencia obtenidos en el multímetro, para asegurar la confiabilidad de las mediciones, se realizaron tres repeticiones de este proceso calculando el promedio de los valores de resistencia obtenidos en las tres repeticiones.

Es importante recordar que un ohmio (Ω) se define como la resistencia entre dos puntos de un conductor cuando se aplica una diferencia de potencial de 1 voltio (V) y circula una corriente de 1 amperio (A). La resistencia de la muestra (R) se expresa en mho (Ω) y se calculó de acuerdo a la ecuación:

$$R = V/I$$

Donde:

I= Corriente

V=Voltaje

mientras que la resistividad (ρ) se obtuvo a partir de la ecuación:

$$\rho = R \cdot A/t.$$

donde A es el área y t representa el espesor de la muestra y se expresa en ($\Omega \cdot \text{cm}$).

conociendo el valor de ρ se generó el valor de conductividad eléctrica (σ) utilizando la ecuación:

$$\sigma = 1/\rho.$$

La capacidad para conducir la electricidad en el sistema internacional de medidas (SI) es el siemens por metro (S m) por lo que en este trabajo se decidió expresar los datos en (S cm) respondiendo a las reglas de equivalencia en donde:

$$\Omega \cdot \text{cm} = \text{S/cm}.$$

V. OBTENCIÓN DE MEMBRANAS NANOESTRUCTURADAS DE CELULOSA Y QUITOSANA

Cumpliendo con el objetivo de obtener membranas de Cell/Qt/PVA con MWCNTs mediante electrohilado, se llevó a cabo un proceso basado en un diseño experimental. Este diseño involucró la combinación estratégica de diferentes reactivos, buscando observar y analizar las diferencias en las características, propiedades y comportamiento de las membranas resultantes, evaluando la interacción entre los componentes de las membranas de (Cell/Qt/PVA) y los MWCNTs.

Las diferentes combinaciones de polímeros y las características de las membranas obtenidas se detallan en la tabla 1. La cual se muestra a continuación:

Tabla V.1 Composición de cada una de las mezclas de polímeros y soluciones desarrolladas este trabajo.

Clave	Composición de la membrana
Cell/PVA	Celulosa microcristalina en disolución con hidróxido de sodio y urea además de alcohol polivinílico hidrolizado.
Cell/PVA/MWCNTs 1%	Celulosa microcristalina en disolución con hidróxido de sodio y urea, alcohol polivinílico hidrolizado con nanotubos de carbono multipared al uno por ciento.
Qt/PVA	Quitosana en disolución con ácido acetico y alcohol polivinílico hidrolizado.
Qt/PVA/MWCNTs 1%	Quitosana en disolución con ácido acetico, alcohol polivinílico hidrolizado con nanotubos de carbono multipared al uno por ciento.
Cell/Qt/PVA	Celulosa microcristalina en disolución con hidróxido de sodio y urea, quitosana en disolución con ácido acetico y alcohol polivinílico hidrolizado.
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%	Celulosa microcristalina en disolución con hidróxido de sodio y urea, quitosana en disolución con ácido acetico, alcohol polivinílico hidrolizado y nanotubos de carbono multipared al uno por ciento.
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%	Celulosa microcristalina en disolución con hidróxido de sodio y urea, quitosana en disolución con ácido acetico, alcohol polivinílico hidrolizado y nanotubos de carbono multipared al tres por ciento.
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting	Celulosa microcristalina en disolución con hidróxido de sodio y urea, quitosana en disolución con ácido acetico, alcohol polivinílico hidrolizado y nanotubos de carbono multipared al uno por ciento, con el método de vaciado en placa.

Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting	Celulosa microcristalina en disolución con hidróxido de sodio y urea, quitosana en disolución con ácido acético, alcohol polivinílico hidrolizado y nanotubos de carbono multipared al tres por ciento, con el método de vaciado en placa.
--------------------------------------	--

5.1.1 Relación equimolar y preparación de solución para electrohilado

La obtención de las soluciones para el proceso de electrohilado se realizó mediante una serie de pasos controlados, garantizando las proporciones equimolares de los reactivos para la Qt, Cell y el polímero de ensamble PVA. Se establecieron las cantidades de cada polímero necesarias para producir las reacciones deseadas en sus respectivos medios, buscando obtener únicamente los productos en solución, cada reactivo se disolvió en su solvente específico, manteniendo constantes las proporciones para todas las mezclas: Qt en ácido acético, Cell en hidróxido de sodio con urea y PVA en agua destilada.

Una vez disueltos los polímeros, se procedió a mezclarlos considerando las proporciones constantes detalladas en la Tabla V.2 este procedimiento permitió obtener las soluciones en las concentraciones y proporciones adecuadas para la posterior obtención de las membranas mediante electrohilado.

Tabla V.2 Relación equimolar de solventes y polímeros

SOLVENTES			
Reactivos	Porcentaje	Molaridad	Relación g/Lt
NaOH	0.7% (m/v)	0.1 M	7 g de NaOH en 1lt de H ₂
CH ₃ COOH	2.5% (v/v)	0.4 M	25.38 ml de CH ₃ COOH en 1lt de H ₂ O
Urea	1.2% (m/v)	0.2 M	12 g de Urea en 1lt de H ₂ O
POLIMERO DE ENSAMBLE			
PVA	1.2% (m/v)	0.2 M	12 g de PVA en 1 lt de H ₂ O
SOLUCION ELECTROHILADO			
Reactivos	Porcentaje	Molaridad	Disolución
Celulosa	3% (m/v)	0.02 M	NaOH/Urea 1:1
Quitosana	3% (m/v)	0.02 M	CH ₃ COOH
INSERCIÓN			
CNSs	Porcentaje	Solución	
MWCNTs	1% (p/p)	Cell/PVA, Qt/PVA, y Cell/Qt/PVA	

MWCNTs	3% (p/p)	Cell/Qt/PVA
--------	----------	-------------

5.2 Proceso de electrohilado

Intentando obtener membranas con características óptimas de flexibilidad, interconexión y homogeneidad, se procedió a la fabricación mediante electrohilado combinando las soluciones de los polímeros previamente preparadas, siguiendo las proporciones indicadas en la tabla V2.

Se empleó una relación de mezcla 1:1, con la intención de equilibrar los componentes de la membrana, y potenciar las características intrínsecas de cada polímero ya mencionadas en el marco teórico, basándose en investigaciones previas donde utilizaron materiales similares, como lo es el trabajo de (Mombini et al., 2019). Las mezclas se sometieron al proceso de electrohilado, y se muestra en la figura V1.

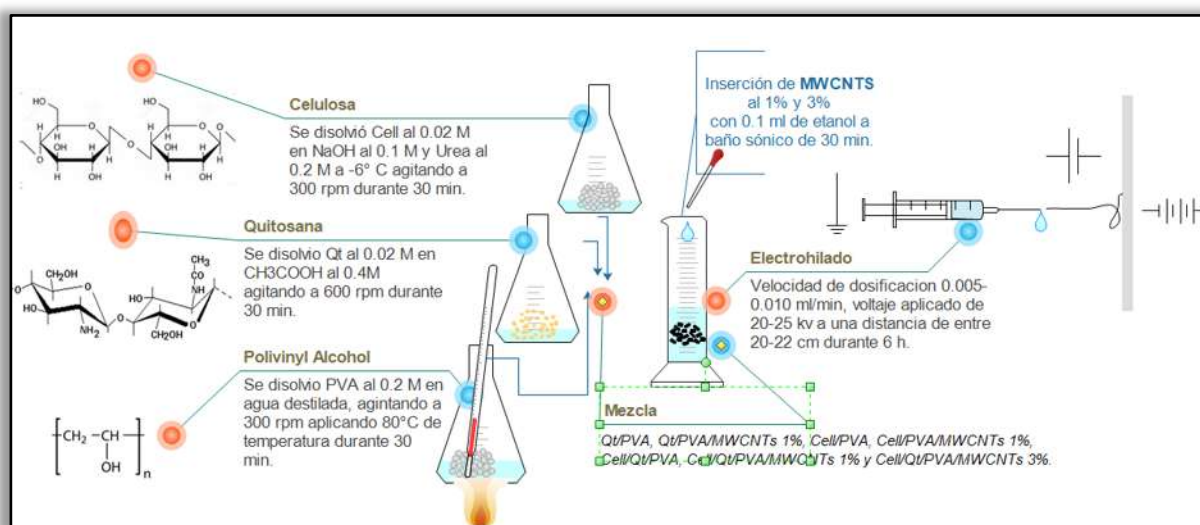


Figura V.1 Imagen ilustrativa del proceso de obtención de los reactivos en solución, mezclas y condiciones de electrohilado con un equipo ZS100.

5.3 Electrohilado de Cell/PVA

La solubilización de la celulosa para el electrohilado presenta desafíos debido a su alta densidad. Aunque se ha logrado el electrohilado de celulosa en solución de hidróxido de sodio/urea con PVA, como se describe en trabajos previos (Velázquez Guzmán et al., 2024), la dificultad en la solubilización persiste.

En este trabajo, se optó por utilizar celulosa microcristalina para mejorar la solubilidad y facilitar el proceso de electrohilado.

Se disolvió Cell a una concentración de 0.02 M en NaOH 0.1 M. La mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos. Posteriormente, se incorporó urea a una concentración de 0.2 M a una temperatura de -6°C. En paralelo, se preparó una solución de PVA al 0.2 M en agua destilada. La mezcla se agitó utilizando un agitador magnético sobre una placa de calentamiento a 80°C durante 30 minutos. Se mezclaron las soluciones de PVA en agua destilada y Cell en NaOH/urea en una proporción 1:1,

manteniendo la mezcla en agitación constante. Se midió el pH de la mezcla resultante, obteniendo un valor de 9. Para finalizar el proceso la mezcla se sometió a un proceso de electrohilado bajo las siguientes condiciones:

- Velocidad de dosificación de la mezcla polimérica: 0.008 ml/min.
- Voltaje: 25 kV.
- Distancia: 20 cm.
- Tiempo de reacción: 6 horas.

La elección de celulosa microcristalina y las condiciones de electrohilado empleadas permitieron optimizar el proceso de obtención de las fibras.

5.4 Electrohilado de Cell/PVA/MWCNTs 1%

Para la fabricación de membranas de Cell/PVA con la incorporación de MWCNTs, se siguió un proceso similar al descrito anteriormente, con la adición de un paso crucial para la dispersión de los nanotubos, se disolvieron la Cell y el PVA en sus respectivos solventes, como se detalló previamente en el subcapítulo 5.3 se adicionaron MWCNTs al 1% en peso a la mezcla de las soluciones de PVA/agua destilada y Cell/NaOH/urea, utilizando 0.1 ml de etanol para dispersar los MWCNTs en 5 ml de la mezcla, la mezcla se sometió a un baño sónico utilizando un equipo BRANSON BNS-CPXH-1800 a una frecuencia de 60 MHz durante 30 minutos, este proceso se realizó en base a lo recomendado por (Mombini et al., 2019) mejorando la dispersión de los MWCNTs en la mezcla, con el propósito de evitar aglomeraciones y asegurando una distribución homogénea en la matriz polimérica, obteniendo un valor de pH igual a 6. Finalmente, la mezcla se sometió al proceso de electrohilado bajo las siguientes condiciones:

- Velocidad de dosificación de la mezcla polimérica: 0.005 ml/min.
- Voltaje: 20 kV.
- Distancia: 20 cm.
- Tiempo de reacción: 6 horas.

5.5 Electrohilado de Qt/PVA

Se disolvió quitosana en ácido acético al 0.4 M hasta obtener una concentración de 0.02 M, la mezcla se agitó a 600 rpm utilizando un agitador electromagnético sobre una placa de calentamiento a temperatura ambiente durante 30 minutos, se disolvió PVA en agua destilada hasta obtener una concentración de 0.2 M, la mezcla se agitó a 300 rpm sobre una placa de calentamiento a 80°C durante 30 minutos.

Para obtener la solución final para el proceso de electrohilado, se mezclaron las soluciones de quitosana y PVA en una proporción 1:1, la mezcla se mantuvo en agitación durante 30 minutos a temperatura ambiente, resultando en una solución de viscosidad media, el pH obtenido fue de 4 y se utilizaron 5 ml de la mezcla de quitosana/PVA para el electrohilado, las condiciones del proceso fueron las siguientes:

- Velocidad de dosificación de la mezcla polimérica: 0.010 ml/min
- Voltaje: 20-25 kV
- Distancia: 20 cm.

- Tiempo de electrohilado: 6 horas

5.6 Electrohilado de Qt/PVA/MWCNTs 1%

El proceso de electrohilado se realizó siguiendo un protocolo similar al utilizado para la elaboración de membranas de Qt sin MWCNTs, en este caso, se preparó una solución mezclando Qt disuelta en ácido acético y alcohol polivinílico en una proporción de 1:1. La diferencia principal radicó en la adición de MWCNTs al 1% a esta mezcla, para mejorar la dispersión de los MWCNTs, se agregó una gota de etanol a la solución. Al evaluar el pH se obtuvo un valor de 6, posteriormente la mezcla se sometió a un baño sónico a 60 MHz durante 30 minutos.

Finalmente, se procedió al electrohilado utilizando 5 ml de la solución con MWCNTs. Las condiciones de electrohilado se ajustaron para obtener membranas con características similares a las obtenidas sin MWCNTs. Los parámetros utilizados fueron:

- Velocidad de dosificación de la mezcla polimérica: 0.005 ml/min
- Voltaje: 25 kV
- Distancia: 22 cm
- Tiempo de reacción: 6 horas

Las pequeñas variaciones en los parámetros de electrohilado se realizaron con el objetivo de compensar los cambios en la solución debido a la adición de los MWCNTs y asegurar la obtención de membranas con propiedades comparables.

5.7 Electrohilado de Cell/Qt/PVA

Se utilizó una combinación innovadora de celulosa y quitosana con alcohol polivinílico como agente de soporte, aunque existen estudios previos sobre la formación de películas delgadas a base de Cell y Qt con PVA (Mencías Carrera, 2022), la información sobre la obtención de andamios tridimensionales mediante electrohilado con esta combinación es limitada. Sin embargo, la viabilidad individual de Cell y Qt para el electrohilado, junto con sus amplias posibilidades de aplicación, justifican la exploración de esta combinación.

El proceso de electrohilado se llevó a cabo con el objetivo de obtener membranas que conserven las características intrínsecas tanto de la celulosa como de la quitosana, se disolvieron entonces los precursores por separado:

- Celulosa: 0.02 M en NaOH 0.1 M y Urea 0.2 M a -6°C.
- Quitosana: 0.02 M en ácido acético.
- Alcohol polivinílico: 0.2 M en agua destilada.

Las tres soluciones se mezclaron en una proporción de 2:1:1 (50% PVA, 25% Cell y 25% Qt) y se mantuvieron en agitación constante durante 30 minutos. El pH de la mezcla resultante fue de 6, al igual que en la mezcla anterior, la mezcla se sometió al proceso de electrohilado bajo las siguientes condiciones:

- Velocidad de dosificación de la mezcla polimérica: 0.010 ml/min
- Voltaje: 25 kV

- Distancia: 20 cm
- Tiempo de reacción: 6 horas

Se espera que la combinación de Cell y Qt en una sola membrana, utilizando PVA como vehículo de ensamble, brinde propiedades únicas y beneficiosas para diversas aplicaciones.

5.8 Electrohilado de Cell/Qt/PVA/MWCNTs al 1 y al 3%

Se obtuvieron membranas con dos concentraciones de MWCNTs: 1% y 3%. Al igual que en el proceso anterior, se disolvieron los polímeros (Cell, Qt y PVA) en sus respectivos solventes.

En la primera solución se incorporaron MWCNTs al 1% con 0.1 ml de etanol en 5 ml de la mezcla Cell/Qt/PVA mientras que en la segunda solución se realizó una inserción de MWCNTs al 3% con 0.1 ml de etanol en 5 ml de la mezcla Cell/Qt/PVA. En ambos casos, el pH de la solución resultante fue de 6, para asegurar una buena dispersión de los MWCNTs, ambas soluciones se sometieron a un baño sónico a 60 MHz durante 30 minutos y el proceso de electrohilado se llevó a cabo con los siguientes parámetros:

- Velocidad de dosificación de la mezcla polimérica: 0.005 ml/min
- Voltaje: 20-25 kV (1% MWCNTs) y 20-25 kV (3% MWCNTs)
- Distancia: 20-21 cm
- Tiempo de reacción: 6 horas

Para garantizar la reproducibilidad del proceso, se realizaron tres réplicas de cada mezcla (1% y 3% MWCNTs), obteniendo un total de seis muestras. Adicionalmente, se prepararon películas delgadas de las mezclas Cell/Qt/PVA al 1% y 3% mediante la técnica de casting, depositando 5 ml de cada solución en cajas Petri y se dejaron secar a temperatura ambiente durante 96 horas.

Tanto las membranas electrohiladas como las películas obtenidas por casting se almacenaron a temperatura ambiente para su posterior caracterización. La comparación de ambos métodos de fabricación puede permitir evaluar la influencia de la técnica de procesamiento en las propiedades finales de las membranas.

5.9 Caracterización morfológica de las membranas

Siguiendo el enfoque de caracterización propuesto por (Gutiérrez-García et al., 2019) se analizó la morfología de las membranas electrohiladas mediante MEB. Se utilizó un microscopio JEOL JSM-7600F para obtener imágenes de alta resolución de las fibras, lo que permitió visualizar su diámetro y uniformidad.

Para determinar el diámetro promedio de las nanofibras, se empleó el software Image J. Este programa permitió analizarlas y realizar mediciones precisas del diámetro de las fibras. Los datos obtenidos se procesaron utilizando un software estadístico para obtener un valor promedio del diámetro de las nanofibras para cada una de las mezclas de electrohilado, considerando un nivel de confianza del 95% y asumiendo una "muestra infinita" de acuerdo con la fórmula y el método estadístico apropiado para el análisis del diámetro de las nanofibras. Este enfoque, similar al utilizado para la caracterización de los MWCNTs, permitió obtener resultados confiables y representativos del tamaño de las nanofibras en las membranas.

5.10 Caracterización estructural de las membranas

Continuando con la metodología sugerida por (Gutiérrez-García et al., 2019) se empleó la espectroscopia FTIR para identificar los principales grupos funcionales presentes en las membranas electrohiladas. Esta técnica permitió detectar las bandas de absorción infrarroja características, asociadas a las vibraciones moleculares de los grupos funcionales involucrados en la formación de las nanofibras. Se utilizó un espectrofotómetro Perkin Elmer Spectrum 400 FTIR para obtener los espectros de las muestras. Además de la caracterización morfológica y química, se realizaron pruebas adicionales para evaluar las propiedades de las membranas electrohiladas.

Se evaluó la resistencia mecánica de las membranas, se determinó la capacidad de las membranas para conducir la corriente eléctrica, y se analizó la afinidad de las membranas por el agua. Estos estudios permitieron obtener una caracterización completa de todas las membranas obtenidas en este trabajo de investigación, proporcionando información valiosa sobre su estructura, composición y propiedades mecánicas.

5.11 Pruebas de dureza

Para determinar la resistencia mecánica de las membranas obtenidas por electrohilado y casting, se llevó a cabo un ensayo de dureza Shore A utilizando un durómetro PosiTector SHD-A. Este método evalúa la resistencia del material a la indentación mediante la medición de la profundidad de la huella dejada por una punta específica bajo una carga determinada.

El procedimiento consistió en realizar cinco mediciones de dureza en diferentes puntos de cada membrana, considerando un grosor de 6 mm, los datos de dureza obtenidos se promediaron para cada muestra y se compararon con los resultados de las membranas fabricadas mediante la técnica de casting.

Para relacionar la dureza Shore A con el módulo de Young (E), se empleó la ecuación propuesta por Ruess:

$$\log_{10} E = 0,0235S - 0,6403$$

Donde:

E: Módulo de Young en MPa

S: Dureza Shore A

Esta conversión se basa en los métodos de la prueba ASTM D2240 y la norma ISO 868. La metodología utilizada para la realización de las pruebas de dureza y el análisis de los datos se basó en las recomendaciones propuestas por (Lee, Shepherd, Evernden, Metcalfe, & Materials, 2018).

5.12 Estudio de hidrofobicidad

Se evaluó la hidrofobicidad de las membranas mediante la medición del ángulo de contacto para cada muestra, se depositaron gotas de agua destilada sobre la superficie de la membrana y se capturaron imágenes de la gota utilizando el goniómetro. Las imágenes obtenidas se analizaron utilizando el software Image J, empleando un método de ajuste de perfil de gota (Drop analysis LB-ADSA de Image J) para determinar con precisión el ángulo de contacto.

Se comparó el comportamiento de las membranas electrohiladas con las obtenidas por casting a partir de soluciones en reposo a temperatura ambiente, este análisis permitió evaluar el efecto del electrohilado en las propiedades de hidrofobicidad de las membranas. Adicionalmente, se examinó el efecto de la mezcla de los biopolímeros (Cell/Qt/PVA) y la incorporación de MWCNTs en la hidrofobicidad de las membranas.

Los datos de ángulo de contacto se registraron y se calcularon los valores promedio para cada tipo de membrana, permitiendo obtener una comparación del comportamiento de la superficie del material al entrar en contacto con el agua, determinando su grado de hidrofobicidad.

La metodología empleada para la medición y análisis del ángulo de contacto se basó en el método descrito por (Torrent Burgués, 2013).

5.13 Conductividad eléctrica

Se determinó la conductividad eléctrica de las membranas utilizando el método de Van dar Pauw, una técnica utilizada anteriormente en este trabajo para medir la resistividad de las láminas de MWCNTs. Este método consiste en aplicar corriente a través de cuatro puntos de contacto en la muestra y medir el voltaje resultante en diferentes configuraciones.

Se realizaron ocho mediciones de resistencia para cada membrana, intercambiando el orden de la corriente y el voltaje en cada configuración de los cuatro puntos de contacto. Este procedimiento permitió obtener un valor promedio de la resistencia, minimizando las variaciones debido a la geometría de la muestra y la posición de los contactos.

Para calcular la conductividad eléctrica, se utilizó la siguiente ecuación:

$$\sigma = (\ln 2 / \pi) * (I / V) * (1 / t)$$

Donde:

σ : Conductividad eléctrica (S/cm)

$\ln 2 / \pi$: (constante)

I: Corriente aplicada (A)

V: Voltaje medido (V)

t: Espesor de la membrana (cm)

El espesor de las membranas se obtuvo utilizando un medidor de espesor de recubrimiento digital industrial HW300PRO, con este equipo se tomaron diez mediciones en diferentes puntos de cada membrana para obtener un valor promedio representativo de 43.4 μ m. La metodología empleada para la medición de la conductividad eléctrica se basó en el trabajo de (Soto Gonzales & Valiengo Valeri, 2011).

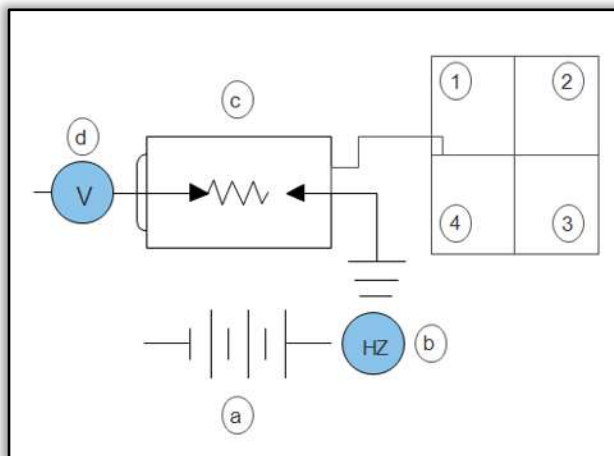


Figura V.2 Representación ilustrativa del proceso de registro de la resistencia eléctrica, en las membranas conformado por a) un generador de corriente conectado a b) un multímetro que registra la corriente aplicada. c) el campo eléctrico generado en la membrana y d) el multímetro que registra el voltaje que resiste la membrana conectada en las 4 esquinas de esta los puntos 1,2,3 y 4.

Es importante destacar que el valor de resistencia utilizado en la ecuación de conductividad eléctrica corresponde al valor promedio obtenido de las ocho mediciones realizadas para cada muestra, considerando las diferentes configuraciones de corriente y voltaje en el método de Van dar Pauw, el cual se puede visualizar en la figura V.2. La resistencia de la muestra (R) se calculó de acuerdo a la ecuación:

$$R = V/I$$

mientras que la resistividad (ρ) se obtuvo a partir de la ecuación:

$$\rho = R \cdot A/t.$$

donde A es el área y t representa el espesor de la muestra.

conociendo el valor de ρ se generó el valor de conductividad eléctrica (σ) utilizando la ecuación:

$$\sigma = 1/\rho$$

5.14 Análisis de resultados de acuerdo con el diseño de experimentos

Para analizar las medias de tendencia central de las muestras obtenidas en cada experimento de este trabajo, se utilizó el análisis de varianza. Se empleó un diseño de experimentos de un solo factor y el método Tukey para analizar las diferencias estadísticamente significativas. Los resultados se representaron gráficamente con el apoyo del programa informático STATISTICA 7. Se utilizaron los grados de libertad “distribución t” y la ecuación de “muestra infinita” utilizadas anteriormente, para analizar la parte estadística numérica de los MWCNTs con comportamiento normal y logaritmo normal el propósito es expresar el margen de error permitido en los datos obtenidos con la ecuación: $n = (Z_{\alpha/2})^2 (p) (q) / (e^2)$ y la ecuación: $\bar{X} \pm t \sigma/2 S/\sqrt{n}$

VI. RESULTADOS

Se analizaron los resultados experimentales para evaluar el efecto de los CNSs en los materiales compuestos formados a partir de los biopolímeros celulosa/quitosano (Cell/Qt). Se recopiló información clave e identificaron los factores y procesos que influyeron en las propiedades evaluadas de los materiales finales. Para determinar la presencia de diferencias significativas, se aplicó un diseño experimental, y los resultados fueron evaluados estadísticamente.

6.1 Síntesis y caracterización de las CNSs

Tabla VI.1 Rendimiento obtenido de la síntesis de CNSs.

Rendimiento	
repetición	0.1246 gr
repetición	0.1758 gr
repetición	0.1078gr

Los rendimientos de CNSs obtenidos en cada repetición, bajo las mismas condiciones de síntesis descritas en la metodología, se presentan en la tabla VI.1 Los resultados muestran variaciones en los rendimientos, con valores de 0.1246 g, 0.1758 g y 0.1078 g en las tres repeticiones. Estos datos sugieren una fluctuación en la eficiencia del proceso, lo que podría atribuirse a factores como las condiciones del reactor, la pureza del precursor o la variabilidad en el tiempo de reacción.

6.2 Morfología de las CNSs

La caracterización por MEB permitió visualizar las CNSs formadas durante la síntesis. Se observaron estructuras características de MWCNTs, consistentes en varios tubos de grafeno concéntricos dispuestos en forma de capas enrolladas y cilíndricas (Das & Engineering, 2013). Estas estructuras se encontraron tanto dispersas como en aglomeraciones. La morfología de los MWCNTs era esperada debido al uso de fracción metanólica como precursor, en concordancia con lo reportado por (Arroyo-Arroyo, 2022).

A partir de las imágenes obtenidas por MEB, se revelan las características morfológicas de los MWCNTs (Tablas VI.2 y VI.3). A continuación, se presenta una micrografía representativa, seguida de una gráfica que ilustra el análisis estadístico del tamaño de los MWCNTs.

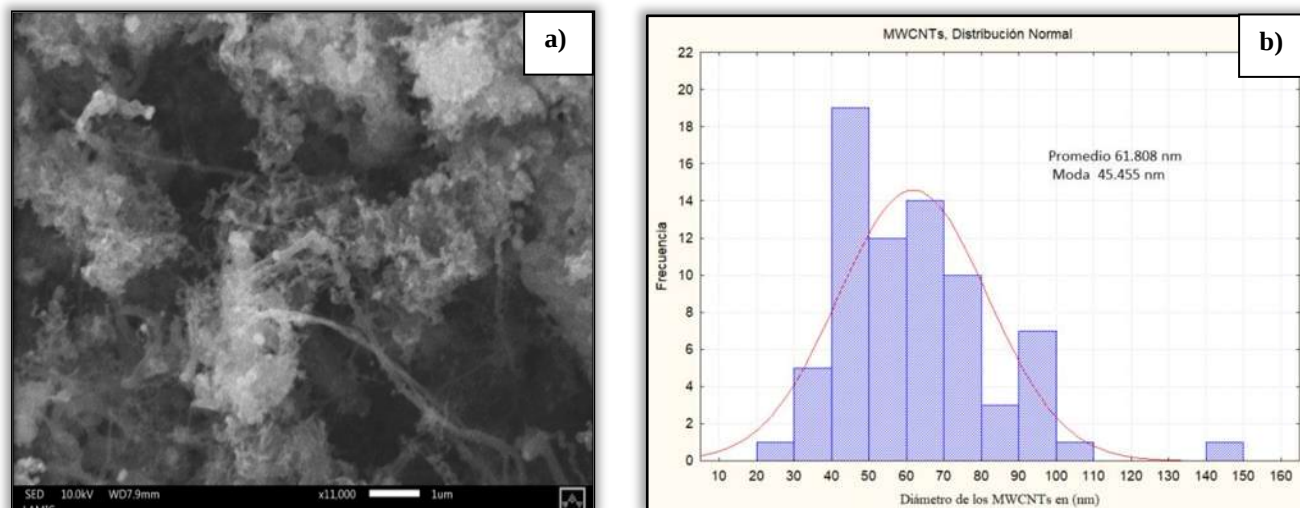


Figura VI.1 a) Micrografía a 11000x de resolución de la morfología de los MWCNTs obtenidos y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de los MWCNTs en las micrografías.

Tras obtener un número representativo de muestras, se graficaron los datos de diámetro de los MWCNTs en función de su frecuencia, el gráfico resultante exhibe una distribución de tipo normal. Las micrografías revelaron la presencia de bloques de nanotubos de carbono con un diámetro promedio de 60 ± 4.661 nm por lo que el rango de diámetro con mayor frecuencia observada se encuentra entre 40 y 50 nm.

6.2.1 Estadístico del diámetro de los MWCNTs

El análisis estadístico de la morfología de las membranas y los MWCNTs se inició con la recopilación y organización de un conjunto extenso de parámetros, con el objetivo de identificar patrones y tendencias significativas.

Para determinar el tamaño de la muestra necesario para un análisis robusto, se empleó la ecuación de muestra infinita de acuerdo con la metodología. El cálculo arrojó un valor de 73 muestras, el cual representa la cantidad de mediciones de diámetro de MWCNTs requeridas para caracterizar adecuadamente su distribución en función de las condiciones de síntesis. Los datos de diámetro se registraron en nanómetros y se presentan en la tabla VI.2.

Tabla VI.2 Muestras (73) del diámetro de los MWCNTs tomadas de las micrografías MEB (recopilación de los datos).

Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)
1	142.368	16	71.002	31	45.455	46	38.569	61	103.652
2	55.298	17	53.009	32	71.002	47	32.778	62	98.333
3	48.956	18	69.234	33	77.139	48	71.002	63	90.909
4	54.545	19	46.355	34	27.273	49	73.293	64	92.709
5	57.496	20	58.21	35	92.709	50	45.455	65	48.956
6	45.455	21	64.282	36	55.298	51	66.183	66	66.183
7	45.455	22	46.355	37	64.282	52	64.282	67	58.21
8	73.293	23	81.818	38	40.656	53	63.636	68	82.322

“Membranas nanoestructuradas de Celulosa Microcristalina/Quitosana reforzadas con Nanotubos de carbono de pared múltiple”

9	64.282	24	53.009	39	46.355	54	90.909	69	77.673
10	40.656	25	46.355	40	72.727	55	54.545	70	46.355
11	53.009	26	64.282	41	45.455	56	92.709	71	53.009
12	63.636	27	64.282	42	45.455	57	40.656	72	83.814
13	32.778	28	53.009	43	36.364	58	36.364	73	73.293
14	90.909	29	66.183	44	64.282	59	40.656		
15	46.355	30	65.555	45	78.203	60	45.455		

Se elaboró una tabla para registrar la frecuencia de las longitudes observadas en una muestra aleatoria de MWCNTs, categorizadas según su diámetro, a partir de las micrografías obtenidas.

Tabla VI.3 Frecuencia con la que se repiten los diámetros de los MWCNTs en las micrografías.

Variable: MWCNTs, Tipo de distribución: Normal (Diámetro de los MWCNTs)								
Clases	Frecuencia	Acumulada	Percentil	Acumulada %	Frecuencia Relativa	Relativa Acumulada	Percentil Relativo	Relativa Acumulada %
<= 20	0	0	0.000	0.000	1.329	1.329	1.820	1.820
30	1	1	1.370	1.370	2.737	4.066	3.750	5.570
40	5	6	6.849	8.219	5.974	10.040	8.184	13.754
50	19	25	26.027	34.247	10.200	20.241	13.973	27.727
60	12	37	16.438	50.685	13.627	33.868	18.668	46.395
70	14	51	19.178	69.863	14.245	48.114	19.514	65.909
80	10	61	13.699	83.562	11.652	59.766	15.962	81.871
90	3	64	4.110	87.671	7.458	67.223	10.216	92.087
100	7	71	9.589	97.260	3.734	70.958	5.116	97.202
110	1	72	1.370	98.630	1.463	72.421	2.004	99.207
120	0	72	0.000	98.630	0.448	72.869	0.614	99.821
130	0	72	0.000	98.630	0.107	72.977	0.147	99.968
140	0	72	0.000	98.630	0.020	72.997	0.028	99.995
150	1	73	1.370	100.000	0.003	73.000	0.004	100.000
< Infinito	0	73	0.000	100.000	0.000	73.000	0.001	100.000

6.2.2 Análisis elemental de los MWCNTs

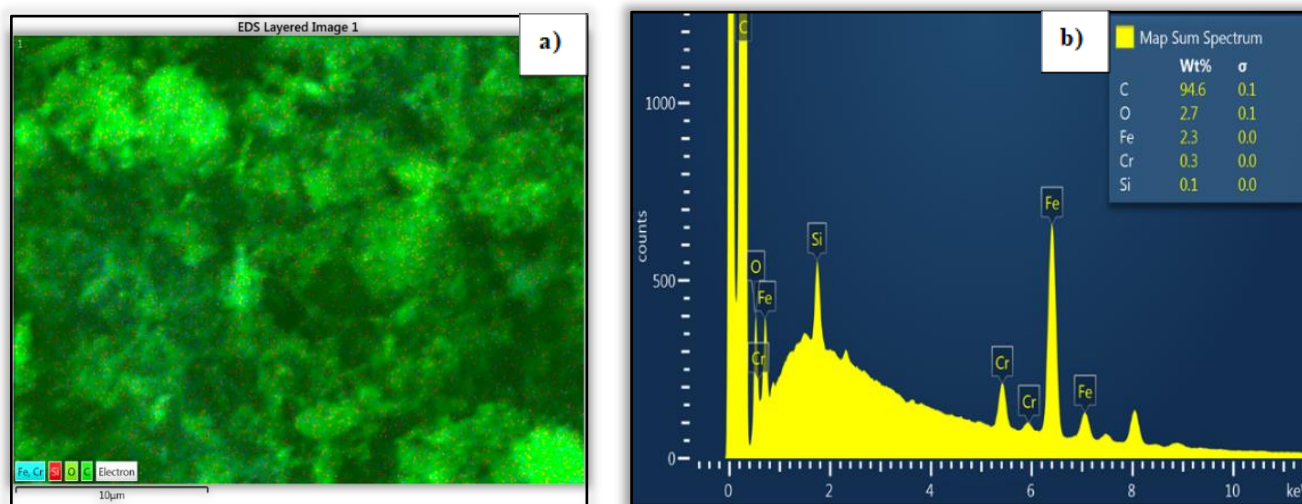


Figura VI.2 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de $4750 \mu\text{m}^2$ y b) Grafica EDS de los MWCNTs sintetizados por CVD

El análisis EDS reveló que la composición elemental de los MWCNTs está dominada por carbono (92%), lo cual es consistente con la estructura de los nanotubos de carbono, donde el carbono forma el esqueleto principal. Además del carbono, se detectaron otros elementos en menor proporción como el oxígeno (2.7%), su presencia podría atribuirse a la existencia de grupos funcionales hidroxilo en la superficie de los MWCNTs, hierro en un (2.3%), cromo (0.3%) y silicio (0.1%). Estos elementos probablemente provienen del catalizador utilizado en la síntesis de los MWCNTs (barra de acero inoxidable).

La alta concentración de carbono confirmada por el análisis EDS corrobora la obtención exitosa de MWCNTs de acuerdo con (Arroyo-Arroyo, 2022).

6.3 Análisis estructural de los MWCNTs

El análisis FTIR proporcionó información relevante sobre la funcionalización de los MWCNTs sintetizados. Se observaron bandas de absorción características de los siguientes grupos funcionales: C=O (carbonilo), C-H (alcano/alqueno), C=C (alqueno/aromático) y O-H (hidroxilo).

La presencia moderada de estas señales en el espectro FTIR sugiere que los MWCNTs fueron funcionalizados durante su producción mediante el método CVD utilizando fracción metanólica. Esta funcionalización es una característica específica del método de síntesis empleado y el precursor. La presencia de estos grupos funcionales puede mejorar la dispersión de los MWCNTs en la solución de Cell/Qt/PVA, ya que pueden formar enlaces con la matriz, evitando así la aglomeración y favoreciendo una distribución más homogénea.

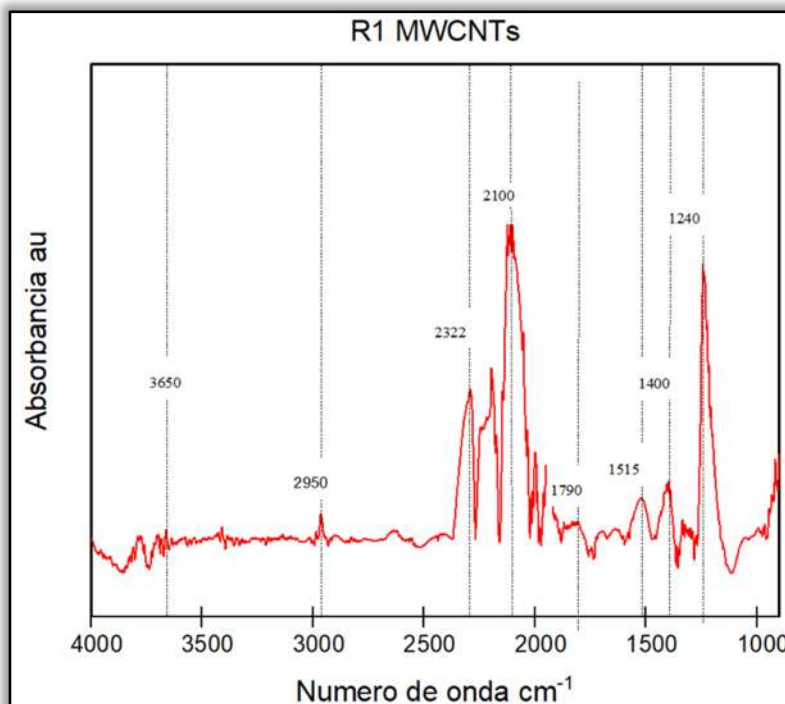


Figura VI.3 Señales en la banda de caracterización FTIR de los MWCNTs

Los espectros FTIR obtenidos revelan información crucial sobre la estructura y funcionalización de los MWCNTs. A continuación, se desglosan las señales más relevantes:

Las señales a los 1000-1260 cm^{-1} representan fuertes vibraciones de estiramiento de enlace simple, acopladas con las vibraciones adyacentes, confirman la presencia de grupos C-O y sugieren la existencia de estructuras primarias, secundarias o terciarias, así como la posible presencia de compuestos fenólicos (Barrios, Méndez, Aguilar, Espinosa, & Rodríguez, 2012).

La señal a 1250 cm^{-1} y 1515 cm^{-1} (C=C) se atribuyen a un modo de vibración mixto $\text{sp}^2\text{-sp}^3$, indicando la coexistencia de ambos tipos de hibridación en los MWCNTs (Kouklin, Tzolov, Straus, Yin, & Xu, 2004). La señal entre los números de onda de 1370-1400 cm^{-1} se asocian a grupos comunes en materiales orgánicos e inorgánicos, y reflejan la complejidad estructural de los materiales de carbono debido a la variedad de enlaces (Chu, 2013).

Esta región de señal de 1640-1680 cm^{-1} (C=O) se asocia a la presencia de grupos carbonilo (C=O). La banda en 1640 cm^{-1} con baja intensidad, se atribuye específicamente a grupos carbonilo, confirmando la funcionalización de los MWCNTs.

La señal a 1700-1800 cm^{-1} (C=O) se atribuye al modo de vibración de estiramiento del enlace (C=O) resultante de la oxidación del carbono, lo que sugiere la carboxilación de la superficie de los MWCNTs y la formación de grupos COOH (Barrios et al., 2012).

Esta señal 2150 cm^{-1} (C≡C) prominente indica la presencia de un alquino terminal (C≡C), sin embargo la presencia de señal a los 2300-2400 cm^{-1} es asignada a una flexión, representando la vibración de

estiramiento de diferentes isómeros y se atribuyen al modo vibracional de estiramiento del hidrógeno absorbido en las nanoestructuras de carbono (Fritsch, Hering, & Mürtz, 2007).

La señal a $2850\text{--}2925\text{ cm}^{-1}$ se asocia al estiramiento del enlace y se relaciona con defectos en la superficie de los nanotubos de carbono. Por último, la señal a 3700 cm^{-1} se atribuye a los grupos OH de hidroxilo libre (Kouklin et al., 2004; Mansor, Abdallah, Shalaby, Shaban, & Management, 2023).

En general el análisis FTIR confirma la presencia de la estructura grafénica característica de los MWCNTs, así como la funcionalización de su superficie con grupos carbonilo y otros grupos funcionales. Esta información es importante para comprender las propiedades y el comportamiento de los MWCNTs en esta investigación.

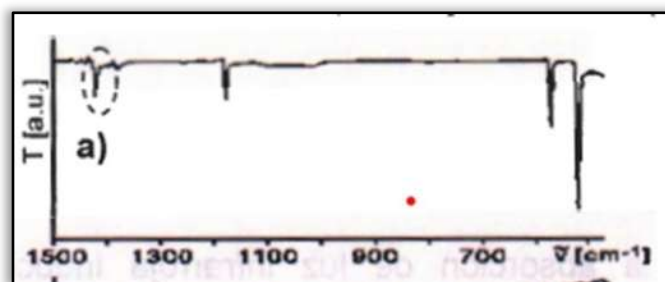


Figura VI.4 Gráfica de análisis FTIR de nanotubos de carbono puros en transmitancia (Fernández & Soberanis, 2011).

Al comparar el espectro FTIR de los MWCNTs obtenidos en este trabajo con el de CNTs de mayor pureza de la figura VI. 4, se observa una diferencia significativa. Esta diferencia radica en la presencia de grupos funcionales en los MWCNTs, los cuales se originan debido al uso de un precursor de fracción metanólica y el uso del método de síntesis CVD.

No obstante, aunque estos grupos funcionales pueden considerarse impurezas en la estructura ideal del esqueleto de los CNTs, su presencia resulta beneficiosa para cumplir con los objetivos en este trabajo.

6.4 Conductividad eléctrica de los MWCNTs

El análisis de conductividad eléctrica proporciona un valor de 33.33 S/m para los MWCNTs. aunque este valor es inferior a la conductividad máxima observada en las CNSs, que oscila entre 102 y 104 S/m , se puede concluir que los MWCNTs estudiados son buenos conductores eléctricos. Esta afirmación se respalda en estudios previos, como el de (Ando, Zhao, Shimoyama, Sakai, & Kaneto, 1999) y (Chen, 2012), quienes reportan una conductividad eléctrica para los MWCNTs de entre 1×10^3 y $2 \times 10^3\text{ S/cm}$.

6.5 Análisis morfológico preliminar de ensayo con Qt

Se llevó a cabo una prueba de electrohilado con el objetivo de evaluar la posibilidad de formar membranas utilizando únicamente Qt, se empleó una solución simple de Qt disuelta en ácido acético.

Sin embargo, los resultados obtenidos no fueron los esperados. En lugar de obtenerse la formación de fibras, se generaron películas gruesas y considerablemente resistentes al tacto, pero la estructura fibrosa característica del electrohilado no se logró desarrollar. La Figura VI.5 muestra una imagen macroscópica

del electrohilado obtenido, así como una micrografía que ilustra con mayor detalle el resultado de este proceso.

Estos resultados sugieren que la simple disolución de Qt en ácido acético no es suficiente para obtener membranas fibrosas mediante electrohilado. Es posible que se requieran modificaciones en la formulación de la solución o la variación de parámetros del proceso, para promover la formación de la estructura deseada.

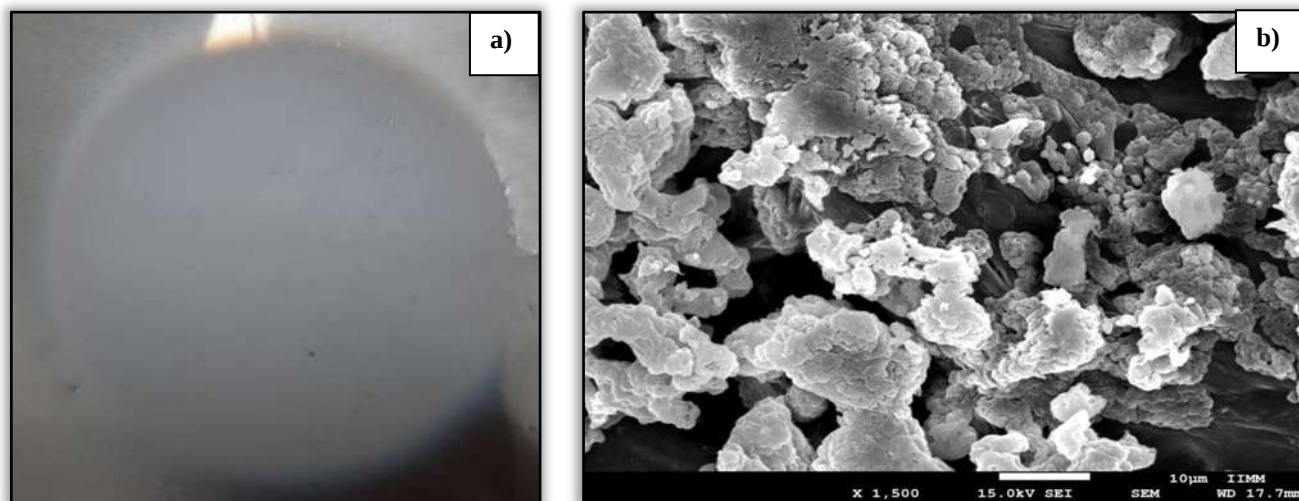


Figura VI.5 a) Imagen macroscópica y b) Micrografía MEB del electrohilado de Qt en solución de ácido acético a una resolución de 1500 x.

La quitosana, al poseer una carga positiva y la capacidad de fragmentar macromoléculas en presencia de ácidos, puede formar nanopartículas con capacidad de encapsulación. Esta característica podría explicar la dificultad para obtener fibras mediante electrohilado utilizando únicamente quitosana (Arruebo Gordo & Irusta Alderete, 2021).

Es posible que, al disolverse en ácido acético a una concentración elevada (90%), la quitosana haya promovido su propia fragmentación, impidiendo la formación de una solución adecuada para el proceso de electrohilado.

Surge la necesidad de emplear un sistema de andamiaje con PVA, tal como se propone en la literatura y en este trabajo. El PVA presenta una alta estabilidad en diversas condiciones, incluyendo temperatura y grado de acidez, lo que lo convierte en un material idóneo para la fabricación de micro y nanofibras mediante electrohilado.

Es importante destacar que tanto el proceso de electrohilado como la concentración de PVA son factores determinantes en las propiedades finales del material compuesto (Estrada et al., 2016).

6.6 Caracterización morfológica de todas las membranas obtenidas en este trabajo

Las membranas obtenidas en este trabajo poseen un espesor reducido con una superficie lisa, presentan resistencia a la ruptura por manipulación. Las membranas sin MWCNTs exhiben un tono blanquecino claro, mientras que las que tienen inserción de MWCNTs (1% y 3%) muestran una pigmentación grisácea.

Con el propósito de visualizar y analizar el tamaño de las fibras, se elaboraron gráficos que, por sus características, sugieren una distribución logarítmica normal (Limpert, Stahel, & Abbt, 2001). Esta distribución se caracteriza por mantener una curva que tiende a estabilizarse al final antes de decaer completamente, a diferencia de una curva normal donde el inicio y el declive son similares.

Se registró el diámetro de las fibras en nanómetros de forma aleatoria en 73 ocasiones para cada mezcla de polímeros. Este número de mediciones se determinó utilizando la fórmula de "muestra infinita", considerando un intervalo de confianza del 95% y un margen de error del 0.05. La elección de esta fórmula es respaldada por la clara visualización de las fibras en las micrografías.

Los datos recopilados se organizaron en tablas de frecuencia para determinar la recurrencia de los valores de diámetro y observar el comportamiento general de las fibras. Estos parámetros permitieron obtener información sobre el diámetro promedio y la dispersión de los datos.

A continuación, se presenta la recopilación de datos y la tabla de frecuencia de las medidas de diámetro de las fibras, obtenidas a partir del análisis de las micrografías utilizando el software Image J y representación gráfica con moda, promedio $\pm$ margen de error.

6.7 Morfología de las membranas de Cell/PVA

6.7.1 Estadística del diámetro de las fibras de Cell/PVA

Tabla VI.4 Muestras (73) del diámetro de las fibras Cell/PVA.

Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)
1	187.69	16	132.717	31	75.884	46	92.023	61	132.717
2	117.847	17	132.717	32	75.884	47	66.359	62	104.112
3	99.112	18	132.717	33	75.884	48	82.308	63	92.023
4	130.14	19	132.717	34	75.884	49	148.382	64	82.308
5	173.628	20	66.359	35	66.359	50	52.056	65	143.744
6	128.832	21	148.382	36	58.200	51	75.884	66	164.615
7	164.615	22	92.023	37	110.427	52	133.987	67	147.236
8	234.252	23	128.832	38	148.382	53	104.112	68	235.693
9	82.308	24	128.832	39	66.359	54	93.845	69	237.863
10	82.308	25	128.832	40	58.200	55	107.316	70	225.61
11	82.308	26	93.845	41	82.308	56	75.884	71	82.308
12	132.717	27	93.845	42	41.154	57	93.845	72	58.200
13	132.717	28	93.845	43	82.308	58	82.308	73	82.308
14	132.717	29	99.112	44	93.845	59	209.844		
15	132.717	30	110.427	45	107.316	60	143.744		

Tabla VI.5 Frecuencia con la que se repiten las longitudes de diámetro de las fibras de Cell/PVA

Variable: Cell/PVA, Distribución: Log-normal (diámetro de las fibras) $q = 3.21332$, $e = 2$, $p = 0.20056$								
Clases	Frecuencia	Acumulada	Percentil	Acumulada %	Frecuencia Relativa	Relativa Acumulada	Percentil Relativo	Relativa Acumulada %
≤ 38	0	0	0	0	0.34494	0.34494	0.47252	0.4725
76	15	15	20.54795	20.5479	13.91705	14.26199	19.06446	19.537
114	27	42	36.9863	57.5342	26.81538	41.07737	36.73339	56.2704
152	22	64	30.13699	87.6712	18.06984	59.14721	24.75321	81.0236
190	4	68	5.47945	93.1507	8.36162	67.50883	11.45427	92.4778
228	1	69	1.36986	94.5205	3.37017	70.879	4.61668	97.0945
266	2	71	2.73973	97.2603	1.29836	72.17736	1.77858	98.8731
304	0	71	0	97.2603	0.49773	72.67509	0.68182	99.5549
342	2	73	2.73973	100	0.1934	72.86849	0.26493	99.8198
< Infinito	0	73	0	100	0.13151	73	0.18015	100

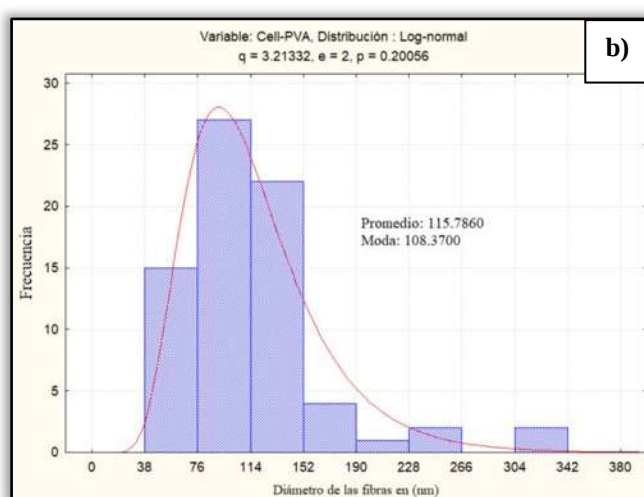
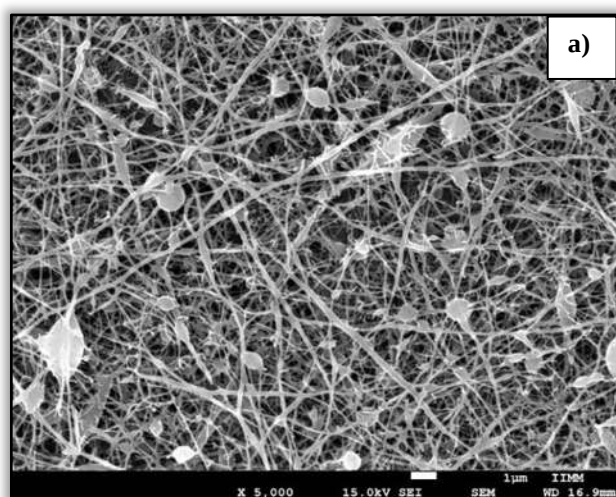


Figura VI.6 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras de Cell/PVA y b) Gráfica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.

La gráfica de la figura VI.6, relaciona los datos con la micrografía MEB, mostrando un promedio en “logaritmo normal” de 116 ± 12.571 nm para el diámetro de las fibras de Cell/PVA. El valor que aparece con mayor frecuencia en el conjunto de datos correspondientes al ancho de las fibras es de 108 nm.

La morfología resultante de las fibras se determinó en función de las variables que intervienen en el proceso de electrohilado. Aunque las fibras obtenidas están bien definidas y sin imperfecciones aparentes, se observaron cúmulos de solución que no completo la formación requerida, así como también algunas

deformidades en las fibras. No obstante, las fibras mantienen cierta simetría entre sí, un comportamiento similar se ha reportado anteriormente por (Kim, Kim, Kang, Marquez, & Joo, 2006).

6.8 Análisis elemental de las fibras de Cell/PVA

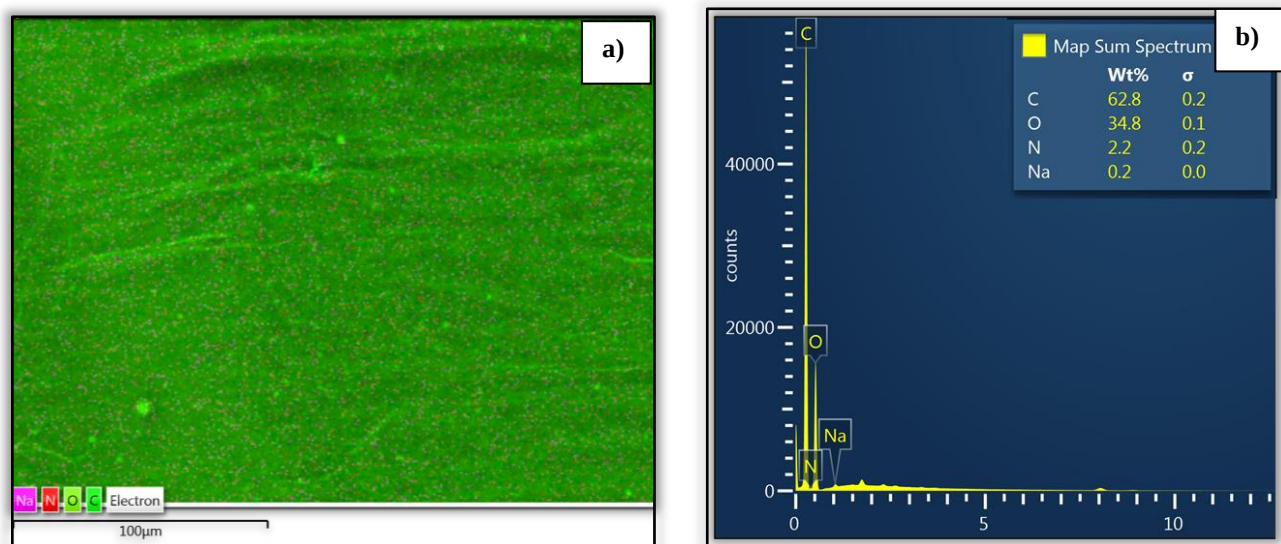


Figura VI.7 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de $4750 \mu\text{m}^2$ y b) Grafica EDS de nanofibras de Cell/PVA.

El análisis químico EDS reveló la siguiente composición elemental de las membranas de Cell/PVA en porcentaje atómico:

- Carbono (C): 62.3%
- Oxígeno (O): 34.9%
- Nitrógeno (N): 2.2%
- Sodio (Na): 0.2%

6.9 Dureza de las membranas de Cell/PVA

Tabla VI.6 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/PVA.

Ensayo de dureza Shore A en la membrana Cell/PVA				
lectura 1	lectura 2	lectura 3	lectura 4	lectura 5
42	44	42	43	43

Se recopilaron los valores de dureza Shore A obtenidos en diferentes puntos de la muestra, siguiendo las recomendaciones del equipo para obtener un promedio confiable. El promedio de dureza Shore A resultante fue de 42.8 ± 0.583 .

6.10 Hidrofobicidad de las membranas de Cell/PVA

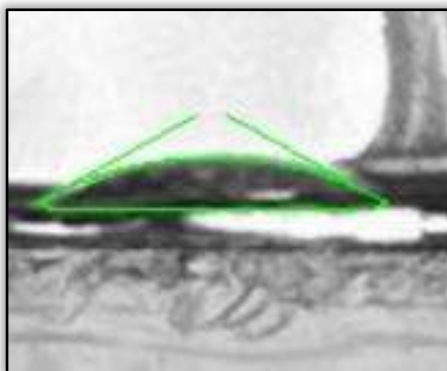


Figura VI.8 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/PVA (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Tabla VI.7 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/PVA (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Ángulo de Contacto de la M Cell/PVA				
promedio θ (grados)	desv. Est	volumen de la gota mm^3	superficie de contacto mm^2	superficie de la gota mm^2
22.513	6.38	2.06E-02	4.27E-01	4.56E-01

La tabla VI.7 presenta el ángulo de contacto obtenido a partir de la imagen de la prueba de ángulo de contacto. El resultado, 22.5 ± 6.3 grados, indica que la membrana es hidrofílica debido a su bajo ángulo de contacto.

6.11 Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/PVA

Tabla VI.8 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/PVA.

Parámetros de resistencia eléctrica de la M Cell/PVA					
Corriente AH%		Voltaje VHz		Corriente AH%	
Combinaciones	Ampere	Volts	Combinaciones	Ampere	Volts
	0.051	0.0001		0.055	0.0002
1	0.051	0.0005	5	0.055	0.0000
	0.051	0.0001		0.055	0.0003
	0.049	0.0000		0.054	0.0000
2	0.051	0.0000	6	0.054	0.0000
	0.051	0.0000		0.054	0.0000
	0.046	0.0003		0.061	0.0001
3	0.048	0.0003	7	0.060	0.0002
	0.048	0.0004		0.060	0.0000

“Membranas nanoestructuradas de Celulosa Microcristalina/Quitosa reforzadas con Nanotubos de carbono de pared múltiple”

	0.049	0.0003		0.052	0.0000
4	0.049	0.0001	8	0.052	0.0000
	0.049	0.0000		0.052	0.0000
Ampere promedio:		0.052	Volts promedio:		0.000
Ampere mínimo:		0.046	Volts mínimo:		0.000
Ampere máximo:		0.061	Volts máximo:		0.001

Utilizando estos valores en la fórmula de resistividad (descrita en la metodología), se obtuvo una resistividad de 89.794 Ω .cm. Finalmente, la conductividad eléctrica se calculó como la inversa de la resistividad, resultando en un valor de 0.01×10^{-4} S/cm para las membranas de Cell/PVA.

6.12 Morfología de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%

6.12.1 Estadística del diámetro de las fibras de Cell/PVA/MWCNTs 1%

Tabla VI.9 Muestras (73) del diámetro de las fibras Cell/PVA con MWCNTs al 1%.

Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)
1	169.682	16	568.46	31	884.951	46	361.592	61	87.301
2	99.112	17	169.682	32	370.385	47	230.608	62	84.841
3	110.427	18	184.046	33	230.608	48	92.023	63	160.974
4	75.884	19	512.692	34	295.048	49	296.765	64	211.852
5	164.615	20	261.578	35	235.693	50	296.765	65	136.802
6	99.112	21	331.282	36	255.684	51	848.408	66	424.204
7	82.308	22	516.641	37	128.832	52	174.601	67	761.124
8	239.966	23	423.305	38	73.618	53	308.517	68	605.535
9	512.692	24	209.844	39	99.112	54	415.226	69	801.354
10	239.966	25	739.167	40	130.140	55	181.264	70	313.013
11	202.45	26	883.611	41	157.249	56	140.165	71	291.002
12	662.82	27	552.137	42	239.966	57	123.462	72	97.822
13	443.241	28	872.034	43	245.547	58	74.191	73	86.814
14	546.278	29	296.765	44	123.462	59	86.814		
15	222.383	30	357.352	45	133.987	60	70.082		

Tabla VI.10 Frecuencia con la que se repiten las longitudes de diámetro de las fibras de Cell/PVA con MWCNTs al 1%.

Variable: Cell/PVA con MWCNTs al 1%, Distribución: Log-normal (diámetro de las fibras) $q = 1.52718$, $e = 4$, $p = 0.82182$								
Clases	Frecuencia	Acumulad a	Percentil	Acumulad a %	Frecuencia Relativa	Relativa Acumulad a	Percentil Relativo	Relativa Acumulad a %
<= 90	9	9	12.3287	12.3288	6.85803	6.85803	9.39456	9.3946
180	19	28	26.0274	38.3562	19.32178	26.1798	26.46819	35.8627
270	15	43	20.5479	58.9041	16.00168	42.18149	21.92011	57.7829
360	9	52	12.3287	71.2329	10.61722	52.79871	14.54414	72.327
450	6	58	8.21918	79.4521	6.76359	59.5623	9.26519	81.5922
540	3	61	4.10959	83.5616	4.3233	63.8856	5.92233	87.5145

“Membranas nanoestructuradas de Celulosa Microcristalina/Quitosana reforzadas con Nanotubos de carbono de pared múltiple”

630	4	65	5.47945	89.0411	2.80851	66.69411	3.84728	91.3618
720	1	66	1.36986	90.411	1.86049	68.5546	2.54862	93.9104
810	3	69	4.10959	94.5205	1.257	69.8116	1.72191	95.6323
< Infinito	4	73	5.47945	100	3.1884	73	4.36767	100

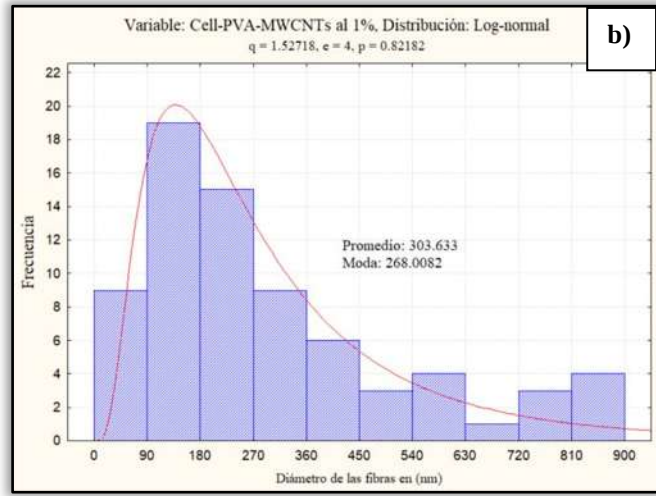
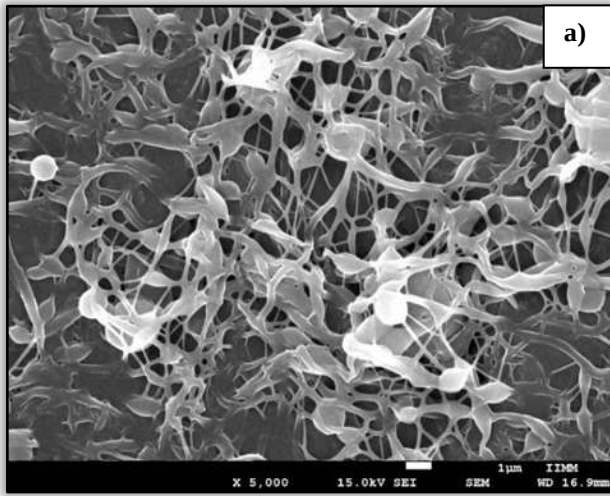


Figura VI.9 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Cell/PVA con MWCNTs al 1% y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.

La Figura VI.9 presenta la micrografía MEB de las fibras Cell/PVA con inserción de MWCNTs al 1%. El análisis del diámetro de las fibras muestra un promedio en “logaritmo normal” de 303 ± 52.719 nm, siendo 268 nm el valor más frecuente.

Las imágenes revelan un engrosamiento de las fibras en comparación con aquellas sin MWCNTs. La morfología de las membranas muestra una mezcla de formas, donde las CNSs parecen estar inmersas o envueltas en las fibras de Cell. Se observan aglomeraciones en las fibras, y aunque carecen de uniformidad, mantienen un tamaño similar.

Es importante destacar que la morfología de las fibras de Cell puede variar según el material con el que se mezcla, como se ha reportado en diversos estudios (Verma, Petru, Goel, & Products, 2024).

6.13 Análisis elemental de las fibras de Cell/PVA/MWCNTs 1%

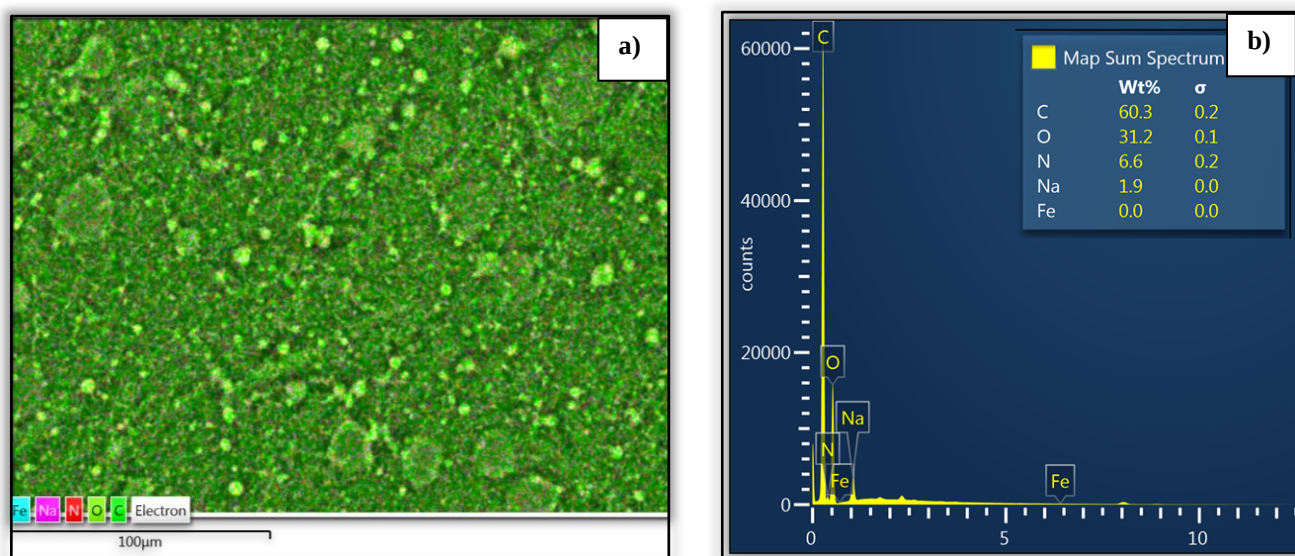


Figura VI.10 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de $4750 \mu\text{m}^2$ y b) Grafica EDS de nanofibras de Cell/PVA con inserción de MWCNTs al 1%.

El análisis químico por EDS de las membranas Cell/PVA/MWCNTs al 1% reveló la siguiente composición elemental en porcentaje atómico:

- Carbono (C): 60.3%
- Oxígeno (O): 31.2%
- Nitrógeno (N): 6.6%
- Sodio (Na): 1.9%

6.14 Análisis FTIR de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%

La caracterización de las fibras se basó en el análisis de las intensidades de las bandas en los siguientes números de onda: 2900 cm^{-1} , 1595 cm^{-1} y 1105 cm^{-1} . Estas bandas se consideran las más representativas del contenido orgánico general de la celulosa. La intensidad relativa de cada una puede reflejar variaciones en la composición de las fibras.

La señal alrededor de 2900 cm^{-1} se asocia generalmente al estiramiento de los enlaces C–H, incluyendo tanto el estiramiento asimétrico como simétrico de CH_2 en compuestos orgánicos.

La señal en un número de onda aproximado a 1720 cm^{-1} se atribuye a la formación de grupos C=O presentes en el PVA principalmente (Tretinnikov & Zagorskaya, 2012).

La intensidad en la señal de 1105 cm^{-1} se atribuye al grupo éter glicosídico C–O–C, proveniente de los componentes polisacáridos de la celulosa (Kljun et al., 2011).

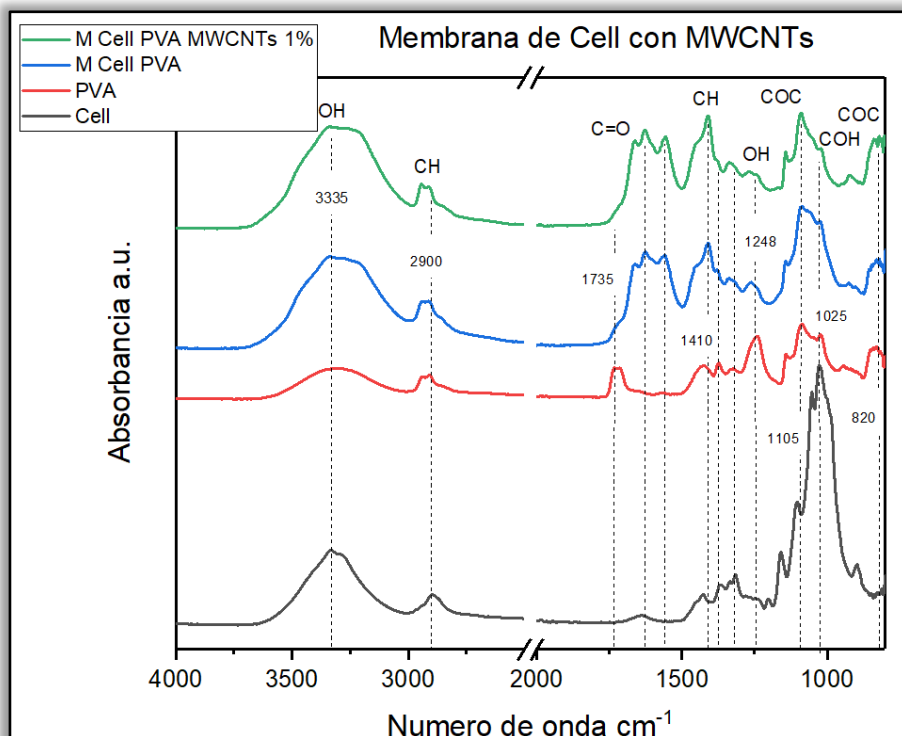


Figura VI.11 Señales en las bandas de caracterización FTIR del biopolímero de Cell (Cell), el polímero PVA (PVA), membrana de Cell y PVA (M Cell PVA) y con MWCNTs funcionalizados (M Cell PVA MWCNTs 1%).

La señal a 1430 cm^{-1} puede asignarse a un estiramiento asimétrico de CH_2 (Franca, Goncalves, & Cena, 2022). Sin embargo, el incremento de este tipo de señales en las membranas compuestas por Cell/PVA (alrededor de 1427 y 1335 cm^{-1}) se le atribuye a la contribución del estiramiento de grupos CH_2 en materiales alifáticos, lo cual es consistente con PVA y celulosa. Finalmente, la intensidad de absorbancia en el número de onda de 2947 cm^{-1} se ha atribuido al enlace $=\text{CH}_2$ (Miranda, Gonçalves, & Amorim, 2001).

6.15 Dureza de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%

Tabla VI.11 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/PVA/MWCNTs 1%.

Ensayo de dureza Shore A en la membrana Cell/PVA/MWCNTs 1%				
lectura 1	lectura 2	lectura 3	lectura 4	lectura 5
43	47	45	46	43

Los valores mostrados en la tabla VI.12 corresponden a las pulsaciones realizadas en diferentes puntos de la muestra, siguiendo las recomendaciones del equipo. En este caso, el promedio de dureza Shore A obtenido fue de 44.8 ± 0.914 .

6.16 Hidrofobicidad de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%

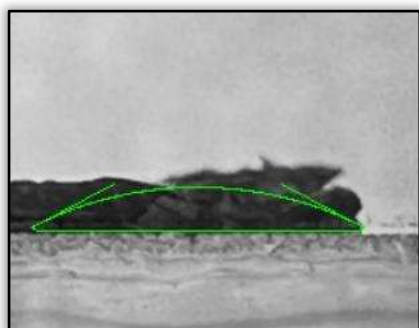


Figura VI.12 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/PVA/MWCNTs 1% (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Tabla VI.12 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/PVA/MWCNTs 1% (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Ángulo de Contacto de la M Cell/PVA/MWCNTs 1%				
promedio Θ (grados)	desv. Est	volumen de la gota mm^3	superficie de contacto mm^2	superficie de la gota mm^2
21.367	7.048	1.28E-01	1.50E+00	1.58E+00

La tabla VI.12 presenta los valores de ángulo de contacto. Los resultados indican que la membrana presenta un carácter hidrofílico, con un ángulo de contacto promedio de $21.3 \pm 7.04^\circ$.

6.17 Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%

Tabla VI.13 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%.

Parámetros de resistencia eléctrica de M Cell/PVA/MWCNTs 1%					
Corriente AH%		Voltaje VHz		Corriente AH%	
combinaciones	Ampere	Volts	combinaciones	Ampere	Volts
1	0.228	0.0885	5	0.090	0.0567
	0.221	0.0878		0.087	0.0510
	0.210	0.0770		0.084	0.0498
2	0.182	0.1800	6	0.106	0.0278
	0.174	0.1710		0.106	0.0281
	0.179	0.1760		0.108	0.0317
3	0.010	0.1260	7	0.082	0.0419
	0.009	0.1080		0.081	0.0393
	0.009	0.1000		0.081	0.0382
4	0.151	0.1320	8	0.103	0.0210
	0.150	0.1300		0.102	0.0223
	0.150	0.1280		0.102	0.0102
Ampere promedio:		0.117	Volts promedio:		0.080
Ampere mínimo:		0.009	Volts mínimo:		0.010

Ampere máximo:	0.228	Volts máxima:	0.180
-----------------------	-------	----------------------	-------

Posterior a realizar la prueba de resistencia eléctrica y sustituir los datos obtenidos, se determinó un valor de resistividad de $0.302 \Omega \cdot \text{cm}$. La conductividad eléctrica resultante para las membranas compuestas por Cell/PVA/MWCNTs al 1% fue de $0.685 \times 10^{-4} \text{ S/cm}$.

6.18 Morfología de las membranas de Qt/PVA

6.18.1 Estadística del diámetro de las fibras de Qt/PVA

Tabla VI.14 Muestras (73) de diámetro de las fibras de Qt/PVA.

Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)
1	61.655	16	66.359	31	47.915	46	66.359	61	41.154
2	116.724	17	83.443	32	42.944	47	123.462	62	49.556
3	95.436	18	44.662	33	54.872	48	111.951	63	49.556
4	79.989	19	79.989	34	35.772	49	75.884	64	79.161
5	117.206	20	44.239	35	148.382	50	92.023	65	123.462
6	98.922	21	57.876	36	73.618	51	128.832	66	123.462
7	98.922	22	61.655	37	78.084	52	92.023	67	92.023
8	98.922	23	56.561	38	73.618	53	99.112	68	111.951
9	98.922	24	50.589	39	78.084	54	99.112	69	110.427
10	98.922	25	69.948	40	107.316	55	92.023	70	111.951
11	77.600	26	46.722	41	104.112	56	123.462	71	92.023
12	63.162	27	61.349	42	140.165	57	110.427	72	99.112
13	83.443	28	61.349	43	66.359	58	58.200	73	116.401
14	79.753	29	61.349	44	110.427	59	53.658		
15	102.839	30	61.349	45	92.023	60	55.214		

Tabla VI.15 Frecuencia con la que se repiten las longitudes de diámetro de las fibras de Qt/PVA.

Variable: Qt/PVA, Distribución: Log-normal (diámetro de las fibras) $q = 0.75192$, $e = 2$, $p = 0.68663$.								
Clases	Frecuencia	Acumulada	Percentil	Acumulada	Frecuencia	Relativa	Percentil	Relativa
		a		a %	Relativa	Acumulada	Relativo	Acumulada
						a		a %
<= 40	1	1	1.36986	1.3699	1.56971	1.56971	2.15029	2.1503
60	15	16	20.54795	21.9178	13.34906	14.91876	18.28638	20.4367
80	21	37	28.76712	50.6849	22.2666	37.18537	30.5022	50.9389
100	17	54	23.28767	73.9726	17.75189	54.93726	24.31765	75.2565
120	12	66	16.43836	90.411	9.95751	64.89477	13.64043	88.8969
140	5	71	6.84932	97.2603	4.68626	69.58102	6.41953	95.3165
< Infinito	2	73	2.73973	100	3.41898	73	4.68353	100

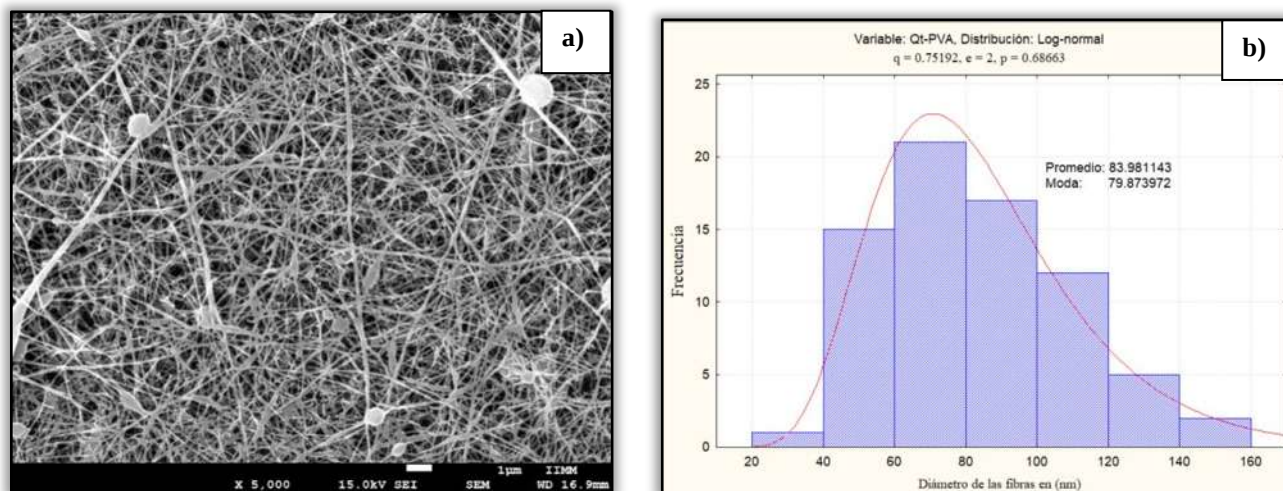


Figura VI.13 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Qt/PVA obtenidas y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.

La micrografía MEB revela un diámetro promedio de fibra de 83 ± 6.2 nm para las fibras de Qt/PVA, con un valor modal de 79 nm. La imagen muestra una estructura porosa continua e interconectada, a diferencia de las fibras elaboradas con Cell/PVA. Las fibras de Qt/PVA se observan bien definidas, alargadas, con pocas imperfecciones y en mayor cantidad, formando redes fibrosas interconectadas de manera homogénea.

Estos resultados sugieren que la Qt, bajo condiciones óptimas de síntesis, permite formar fibras con características adecuadas para su uso como andamios, confirmando lo afirmado por (Ohkawa, Cha, Kim, Nishida, & Yamamoto, 2004).

6.19 Análisis elemental de las fibras de Qt/PVA

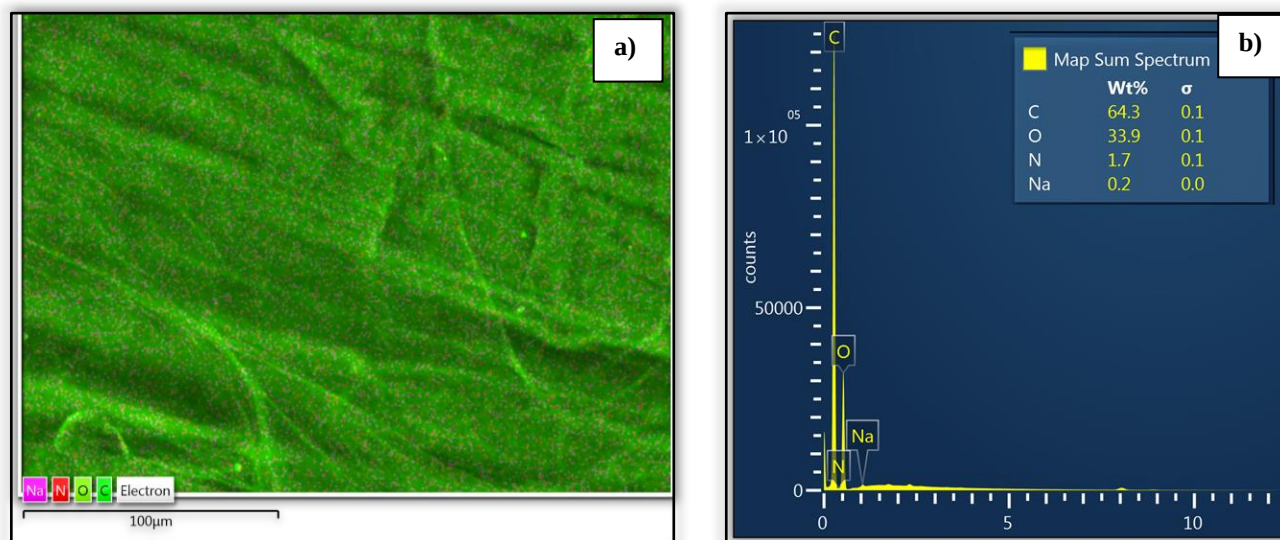


Figura VI.14 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de $4750 \mu\text{m}^2$ y b) Grafica EDS de nanofibras de Qt/PVA.

El análisis EDS reveló la siguiente composición elemental atómica porcentual para las membranas de Qt/PVA:

- Carbono (C): 64.3%
- Oxígeno (O): 33.9%
- Nitrógeno (N): 1.7%
- Sodio (Na): 0.2%

6.20 Dureza de las membranas de Qt/PVA

Tabla VI.16 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Qt/PVA.

Ensayo de dureza Shore A en la membrana Qt/PVA				
lectura 1	lectura 2	lectura 3	lectura 4	lectura 5
	42	43	43	42
				41

La tabla VI.16 muestra los valores de dureza obtenidos al realizar mediciones en diferentes puntos de la muestra, siguiendo las recomendaciones del equipo utilizado. El valor promedio de dureza Shore A obtenido fue de 42.2 ± 0.598 .

6.21 Hidrofobicidad de las membranas de Qt/PVA

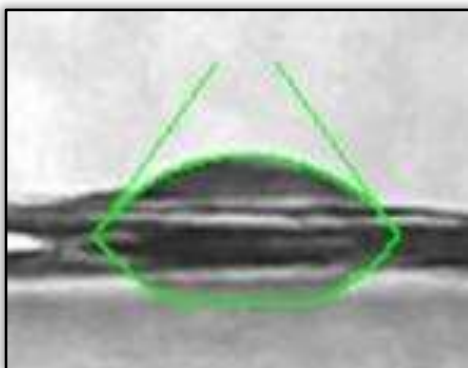


Figura VI.15 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Qt/PVA (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Tabla VI.17 Parámetros de ángulo de contacto de la M Qt/PVA (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Angulo de Contacto de la M Qt/PVA				
promedio θ (grados)	desv. Est	volumen de la gota mm^3	superficie de contacto mm^2	superficie de la gota mm^2
57.365	4.259	1.97E-02	2.49E-01	3.15E-01

La tabla VI.17 presenta los valores de ángulo de contacto obtenidos a partir de las mediciones repetidas, los cuales se pueden visualizar en la figura VI.15. Los resultados indican que la membrana presenta un carácter hidrofílico, con un ángulo de contacto promedio de $57.3 \pm 4.2^\circ$.

6.22 Conductividad eléctrica de las membranas de Qt/PVA

Tabla VI.18 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Qt/PVA.

Parámetros de resistencia eléctrica de M Qt/PVA					
Corriente AH%		Voltaje VHz		Corriente AH%	
Combinaciones	Ampere	Volts	Combinaciones	Ampere	Volts
	0.0600	0.0003		0.0400	0.0001
1	0.0600	0.0003	5	0.0400	0.0001
	0.0600	0.0003		0.0400	0.0001
	0.0570	0.0003		0.0460	0.0003
2	0.0570	0.0001	6	0.0460	0.0003
	0.0570	0.0009		0.0460	0.0001
	0.0450	0.0003		0.0540	0.0009
3	0.0450	0.0003	7	0.0540	0.0003
	0.0450	0.0001		0.0540	0.0001
	0.0460	0.0001		0.0480	0.0001
4	0.0460	0.0001	8	0.0480	0.0001
	0.0460	0.0001		0.0480	0.0001
Ampere promedio:		0.0495	Volts promedio:		0.0002
Ampere mínimo:		0.040	Volts mínimo:		0.000
Ampere máximo:		0.060	Volts máxima:		0.054

Los datos de resistencia eléctrica obtenidos se utilizaron en la ecuación descrita en la metodología para calcular la resistividad, la cual resultó ser de 42.432 Ω .cm. A partir de este valor, se determinó que la conductividad eléctrica de las membranas compuestas por Qt/PVA es de 0.02×10^{-4} S/cm.

6.23 Morfología de las membranas de Qt/PVA/MWCNTs 1%

6.23.1 Estadística del diámetro de las fibras de Qt/PVA/MWCNTs 1%

Tabla VI.19 Muestras (73) del diámetro de las fibras Qt/PVA con MWCNTs al 1%.

Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)
1	700.825	16	273.603	31	273.603	46	691.581	61	516.641
2	813.764	17	123.462	32	215.42	47	362.528	62	232.801
3	757.946	18	143.744	33	220.855	48	362.528	63	276.681
4	515.328	19	82.308	34	257.664	49	362.528	64	184.964
5	250.329	20	132.717	35	203.285	50	362.528	65	239.259
6	587.218	21	148.382	36	349.687	51	235.693	66	232.801
7	303.536	22	209.844	37	296.765	52	375.381	67	239.966
8	523.48	23	133.987	38	209.844	53	291.002	68	357.352
9	845.548	24	128.832	39	205.769	54	209.844	69	184.046
10	874.556	25	157.249	40	301.857	55	678.727	70	205.769
11	303.536	26	148.382	41	366.708	56	181.264	71	294.473

“Membranas nanoestructuradas de Celulosa Microcristalina/Quitosana reforzadas con Nanotubos de carbono de pared múltiple”

12	286.308	27	151.768	42	276.068	57	523.480	72	198.223
13	184.046	28	158.322	43	509.045	58	403.644	73	147.236
14	245.547	29	306.313	44	443.241	59	350.171		
15	158.322	30	222.383	45	816.881	60	331.282		

Tabla VI.20 Frecuencia con la que se repiten las longitudes de diámetro fibras de Qt/PVA con MWCNTs con 1%.

Variable: Qt/PVA con MWCNTs al 1%, Distribución: Log-normal (diámetro las fibras) $q = 0.99456$, $e = 3$, $p = 0.80257$								
Clases	Frecuencia	Acumulada	Percentil	Acumulada %	Frecuencia Relativa	Relativa Acumulada	Percentil Relativo	Relativa Acumulada %
<= 90	1	1	1.370	1.370	1.139	1.139	1.560	1.560
180	12	13	16.438	17.808	13.314	14.453	18.239	19.799
270	22	35	30.137	47.945	19.572	34.025	26.811	46.610
360	16	51	21.918	69.863	15.330	49.355	21.000	67.610
450	8	59	10.959	80.822	9.760	59.115	13.370	80.979
540	5	64	6.849	87.671	5.773	64.888	7.908	88.887
630	1	65	1.370	89.041	3.338	68.225	4.572	93.460
720	3	68	4.110	93.151	1.928	70.153	2.641	96.100
810	1	69	1.370	94.521	1.123	71.276	1.539	97.639
< Infinito	4	73	5.479	100.000	1.724	73.000	2.361	100.000

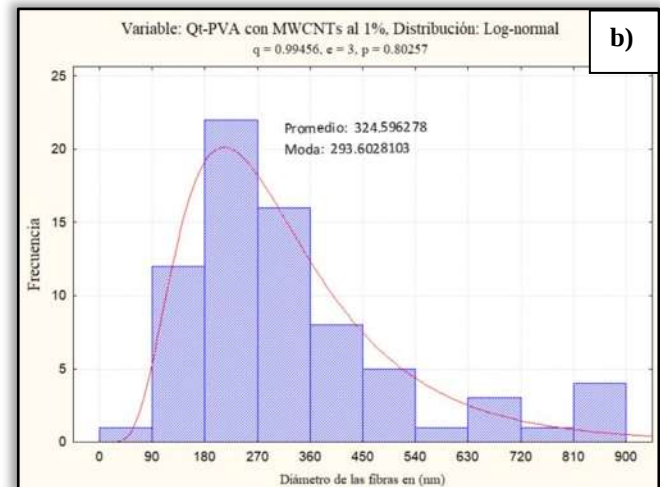
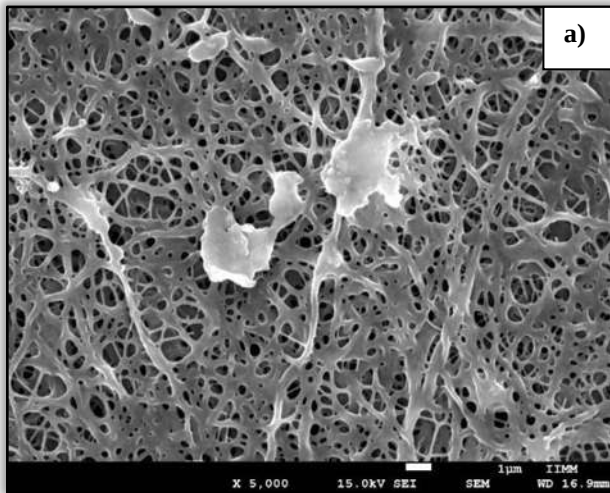


Figura VI.16 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Qt/PVA con MWCNTs al 1% y b) Gráfica de la distribución de la frecuencia del tamaño de las fibras.

Las imágenes MEB revelan diferencias significativas en la morfología de las membranas nanofibrosas al comparar las muestras de Qt/PVA/MWCNTs al 1% con las de Qt/PVA. Aunque se mantiene la forma general de las fibras con diámetros de 324 ± 44.880 nm se observa un incremento en el espesor de las mismas. Además, la mayoría de las fibras en estas últimas se presentan entrecruzadas y ramificadas entre sí. También se detectan pequeños cúmulos de la mezcla que no logro tomar la forma deseada en la matriz.

6.24 Análisis elemental de las fibras de Qt/PVA/MWCNTs 1%

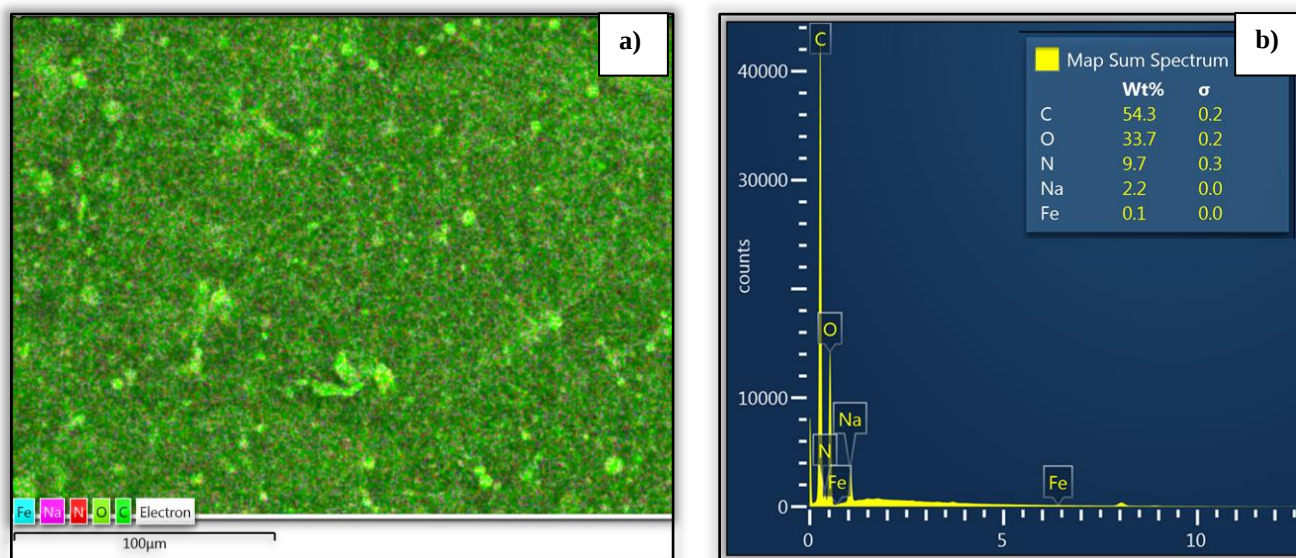


Figura VI.17 Mapeo EDS a) Micrografía, a 500x en un área de 4750 μm^2 y b) Gráfica EDS de nanofibras de Qt/PVA con inserción de MWCNTs al 1%.

El análisis EDS realizado en las membranas de Qt/PVA/MWCNTs al 1% reveló la siguiente composición elemental:

- Carbono (C): 54.3%
- Oxígeno (O): 33.7%
- Nitrógeno (N): 9.7%
- Sodio (Na): 0.2%
- Hierro (Fe): 0.1%

6.25 Análisis FTIR de las membranas de Qt/PVA/MWCNTs 1%

Las señales características de los grupos funcionales presentes en la quitina, como hidroxilos, carbonilos (C=O) y aminas, se observan comúnmente en los espectros FTIR de materiales compuestos por este biopolímero (Marchessault, Pearson, & Liang, 1960).

En el caso de los andamios de Qt/PVA/MWCNTs, se mantienen las señales características tanto de la quitina como del alcohol polivinílico. Se observan señales en las regiones de absorción de los grupos funcionales -OH, -CO y -CH₂ (Reis et al., 2006) lo que sugiere la formación de enlaces entre la Qt y el PVA. Estas interacciones también se ven favorecidas por la presencia de grupos carboxilos en los MWCNTs.

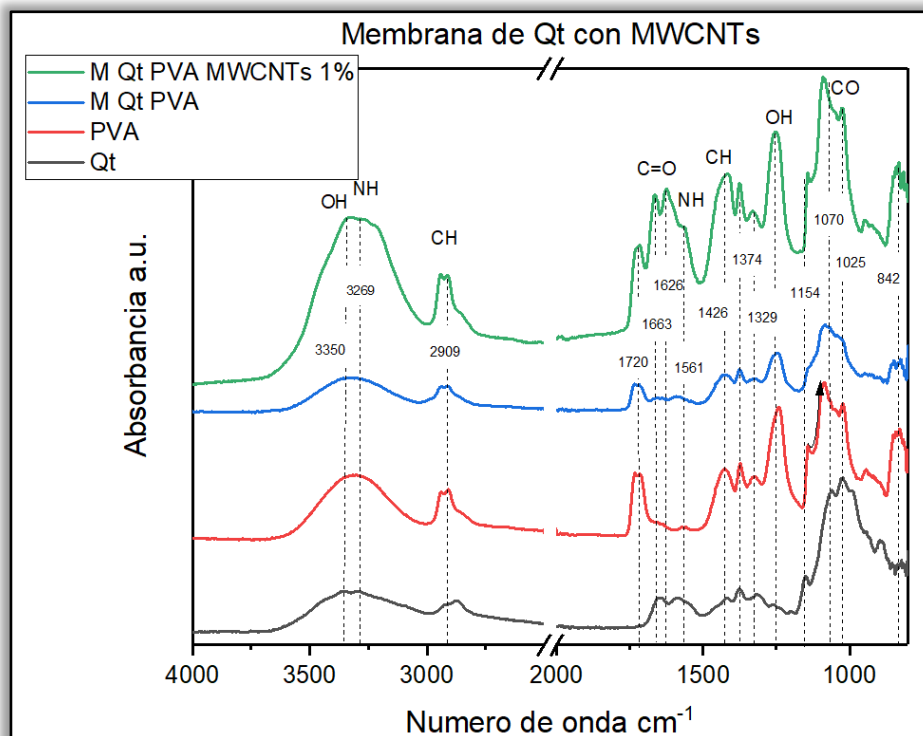


Figura VI.18 Señales en las bandas de caracterización FTIR del biopolímero de Qt (Qt), el polímero PVA (PVA), membrana de Qt y PVA (M Qt PVA) y con MWCNTs funcionalizados (M Qt PVA MWCNTs 1%).

El análisis FTIR de las muestras revela la presencia de señales características de los grupos funcionales presentes en la quitina, el PVA y los MWCNTs. A continuación, se detallan las asignaciones de las bandas de los espectros más relevantes:

La señal a 3480 cm^{-1} se le puede atribuir a un tipo de enlace O-H. Esta banda puede verse influenciada por la presencia de otros enlaces de hidrógeno, como los presentes por el estiramiento del enlace N-H, extendiéndose hasta $\sim 3269\text{ cm}^{-1}$ en el caso de la quitosana (Goycoolea, Argüelles-Monal, Peniche, & Higuera-Ciapara, 2000).

La presencia de señales a $3700\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ son vibraciones características de grupos amina e hidroxilo ($\sim 3400\text{ cm}^{-1}$) de la quitosana (Gómez Sanchez, 2020). La señal a 2877 cm^{-1} es una compleja que incluye estiramientos simétricos y asimétricos del enlace C-H, atribuibles a los grupos CH_2 y CH_3 presentes tanto en la quitosana (Reis et al., 2006). Las señales a los 1663 y 1626 cm^{-1} son atribuidos a grupos carboxilos (C=O) en la quitosana. Las señales a los 1561 cm^{-1} son atribuidas a grupos N-H de la quitosana.

Las señales presentes a los 1427 y 1335 cm^{-1} son atribuidos a enlaces O-H en el PVA y las señales presentes en los 1947 cm^{-1} representan enlaces de tipo $=\text{CH}_2$ como terminación de la cadena en el PVA (Miranda et al., 2001).

Las señales a 1159 , 1074 y 1025 cm^{-1} representan la presencia de grupos C-O presentes en los enlaces C-O-C y CH_2OH de los componentes glucosídicos de la celulosa y la quitosana. La intensidad de la señal a

1159 cm^{-1} puede variar debido al movimiento asimétrico del puente de oxígeno, sensible a la despolimerización durante la desacetilación (Shigemasa, Matsuura, Sashiwa, & Saimoto, 1996).

El aumento de la señal a ~ 1720 y 1655 cm^{-1} (amida I) se le puede atribuir a una interacción ($\text{C}=\text{O}-\text{NH}$) entre la Qt el PVA y los MWCNTs (Tretinnikov & Zagorskaya, 2012).

El análisis FTIR confirma la presencia de los componentes principales en los andamios y proporciona evidencia de las interacciones entre ellos.

6.26 Dureza de las membranas de Qt/PVA con MWCNTs 1%

Tabla VI.21 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Qt/PVA/MWCNTs 1%.

Ensayo de dureza Shore A en la membrana Qt/PVA/MWCNTs 1%				
lectura 1	lectura 2	lectura 3	lectura 4	lectura 5
45	45	43	42	43

La tabla VI. 21 presenta los resultados de la prueba de dureza Shore A realizada en diferentes puntos de la muestra. Siguiendo las recomendaciones del equipo utilizado para obtener un valor promedio confiable, se determinó una dureza Shore A promedio de 43.6 ± 0.959 .

6.27 Hidrofobicidad de las membranas de Qt/PVA/MWCNTs 1%

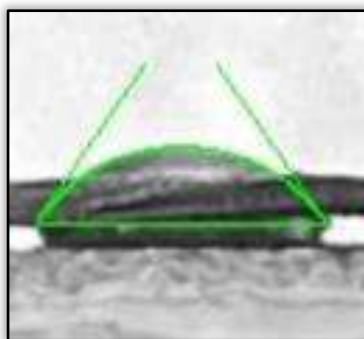


Figura VI.19 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Qt/PVA/MWCNTs 1% (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Tabla VI.22 Parámetros de ángulo de contacto de la M Qt/PVA/MWCNTs 1% (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Angulo de Contacto de la M Qt/PVA/MWCNTs 1%				
promedio θ (grados)	desv. Est	volumen de la gota mm^3	superficie de contacto mm^2	superficie de la gota mm^2
52.991	2.303	2.18E-02	2.65E-01	3.37E-01

La tabla VI.22 presenta los resultados de la prueba de ángulo de contacto, considerando las especificaciones relevantes para el análisis. Se obtuvo un ángulo de contacto promedio de $52.9 \pm 4.2^\circ$, lo que indica que la membrana presenta un carácter hidrofílico.

6.28 Conductividad eléctrica de las membranas de Qt/PVA/MWCNTs 1%

Tabla VI.23 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Qt/PVA/MWCNTs 1%.

Parámetros de resistencia eléctrica de M Qt/PVA/MWCNTs 1%					
Corriente AH%		Voltaje VHz		Corriente AH%	
combinaciones	Ampere	Volts	combinaciones	Ampere	Volts
	0.0570	0.0940		0.0460	0.0190
1	0.0570	0.0640	5	0.0450	0.0170
	0.0570	0.0730		0.0460	0.0170
	0.0580	0.0480		0.0520	0.0190
2	0.0600	0.0470	6	0.0520	0.0180
	0.0600	0.0430		0.0510	0.0180
	0.0580	0.0410		0.0550	0.0230
3	0.0580	0.0400	7	0.0550	0.0210
	0.0580	0.0400		0.0550	0.0210
	0.0540	0.0290		0.0570	0.0250
4	0.0540	0.0300	8	0.0550	0.0240
	0.0540	0.0280		0.0550	0.0250
Ampere promedio:		0.0545	Volts promedio:		0.0343
Ampere mínimo:		0.045	Volts mínimo:		0.017
Ampere máximo:		0.060	Volts máximo:		0.094

Luego de realizar la prueba de resistencia eléctrica y procesar los datos obtenidos, se determinó una resistividad de $89.794 \Omega \cdot \text{cm}$. Se calculó la conductividad eléctrica de las membranas compuestas por Qt/PVA/MWCNTs al 1%, resultando en un valor de $0.005 \times 10^{-4} \text{ S/cm}$.

6.29 Morfología de las membranas de Cell/Qt/PVA

6.29.1 Estadística del diámetro de las fibras de Cell/Qt/PVA

Tabla VI.24 Muestras (73) del diámetro de las fibras Cell/Qt/PVA.

Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)
1	151.768	16	128.832	31	104.112	46	78.084	61	66.359
2	133.987	17	92.023	32	78.084	47	111.951	62	78.084
3	239.259	18	82.308	33	92.023	48	78.084	63	82.308
4	157.249	19	82.308	34	92.023	49	82.308	64	92.023
5	232.801	20	104.112	35	117.847	50	41.154	65	82.308
6	166.660	21	92.023	36	78.084	51	107.316	66	133.987

“Membranas nanoestructuradas de Celulosa Microcristalina/Quitosana reforzadas con Nanotubos de carbono de pared múltiple”

7	110.427	22	221.620	37	92.023	52	92.023	67	123.462
8	75.884	23	107.316	38	99.112	53	55.214	68	104.112
9	78.084	24	132.717	39	92.023	54	92.023	69	111.951
10	140.165	25	78.084	40	92.023	55	93.845	70	73.618
11	92.023	26	73.618	41	92.023	56	203.285	71	60.732
12	110.427	27	92.023	42	73.618	57	187.690	72	56.561
13	235.693	28	148.382	43	111.951	58	148.382	73	66.074
14	174.601	29	111.951	44	75.884	59	92.023		
15	148.382	30	99.112	45	111.951	60	92.023		

Tabla VI.25 Frecuencia con la que se repiten las longitudes del diámetro las fibras de Cell/Qt/PVA.

Variable: Cell-Qt-PVA, Distribución: Log-normal (diámetro de las fibras) $q = 2.71874$, $e = 3$, $p = 0.43705$								
Clases	Frecuencia	Acumulada	Percentil	Acumulada %	Frecuencia Relativa	Relativa Acumulada	Percentil Relativo	Relativa Acumulada %
$\leq$ 41.8181	1	1	1.36986	1.3699	0.39751	0.39751	0.54453	0.5445
63.6363	3	4	4.10959	5.4795	6.01749	6.41499	8.24313	8.7877
85.4545	19	23	26.0274	31.5068	15.67791	22.0929	21.47659	30.2642
107.2727	21	44	28.76712	60.274	18.15052	40.24342	24.86373	55.128
129.0909	12	56	16.43836	76.7123	14.04299	54.28641	19.23697	74.3649
150.9090	7	63	9.58904	86.3014	8.77943	63.06584	12.02661	86.3916
172.7272	3	66	4.10959	90.411	4.88027	67.9461	6.6853	93.0769
194.5454	2	68	2.73973	93.1507	2.54043	70.48653	3.48004	96.5569
216.3636	1	69	1.36986	94.5205	1.27583	71.76236	1.74771	98.3046
238.1818	3	72	4.10959	98.6301	0.62931	72.39167	0.86207	99.1667
< Infinito	1	73	1.36986	100	0.60833	73	0.83333	100

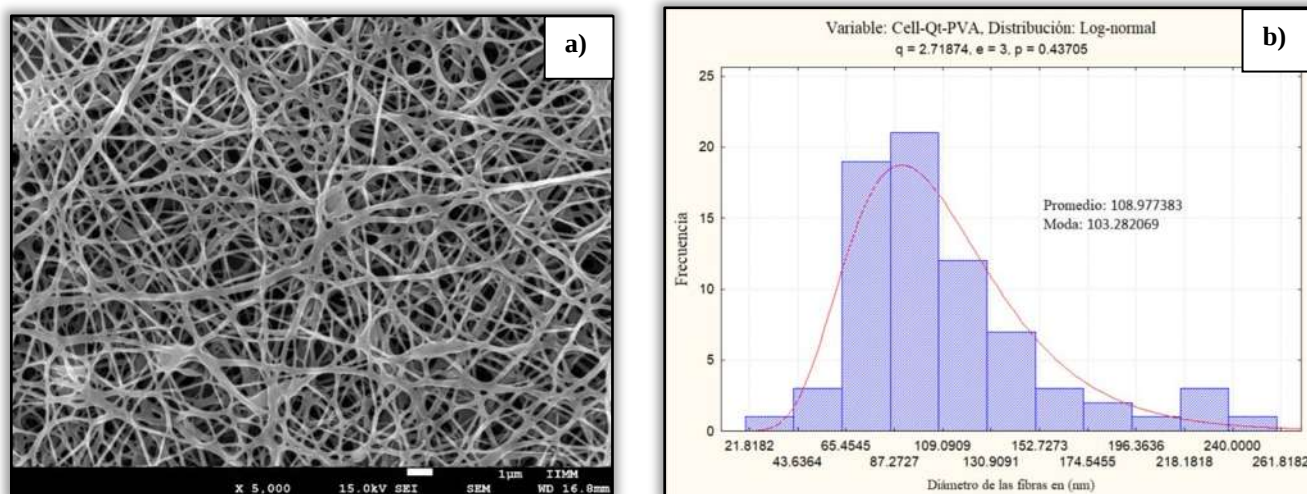


Figura VI.20 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Cell/QT/PVA obtenidas y b) Gráfica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.

La micrografía MEB presentada en la figura VI.20 revela un diámetro promedio de fibra de 108 ± 10.0 nm, obtenido mediante un ajuste de distribución "logaritmo normal". El valor más frecuente en el conjunto de datos correspondiente al ancho de las fibras es de 103 nm.

Las imágenes obtenidas muestran una morfología consistente en las membranas de Cell/QT/PVA. La combinación de ambos biopolímeros en proporciones iguales con el PVA resulta en fibras interconectadas con alta uniformidad y continuidad.

6.29.2 Análisis elemental de las fibras de Cell/QT/PVA

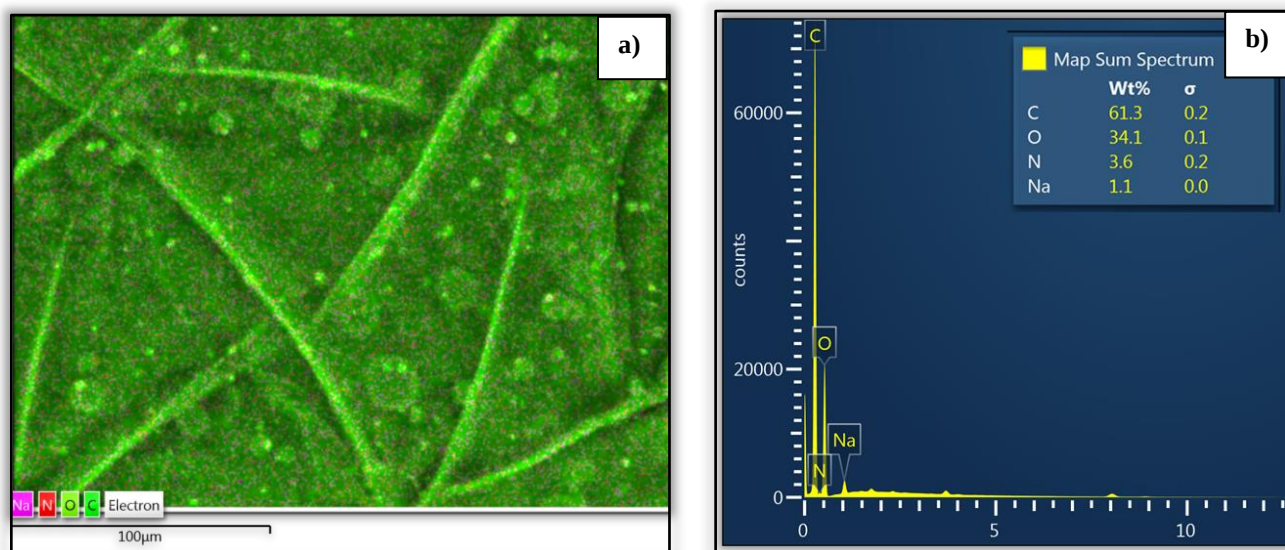


Figura VI.21 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de $4750 \mu\text{m}^2$ y b) Gráfica EDS de Nanofibras de Cell/QT/PVA.

El análisis EDS realizado en las membranas de Qt/Cell/PVA reveló la siguiente composición atómica elemental:

- Carbono (C): 61.3%
- Oxígeno (O): 34.1%
- Nitrógeno (N): 3.6%
- Sodio (Na): 1.1%

6.30 Análisis FTIR de las membranas de Cell/Qt/PVA

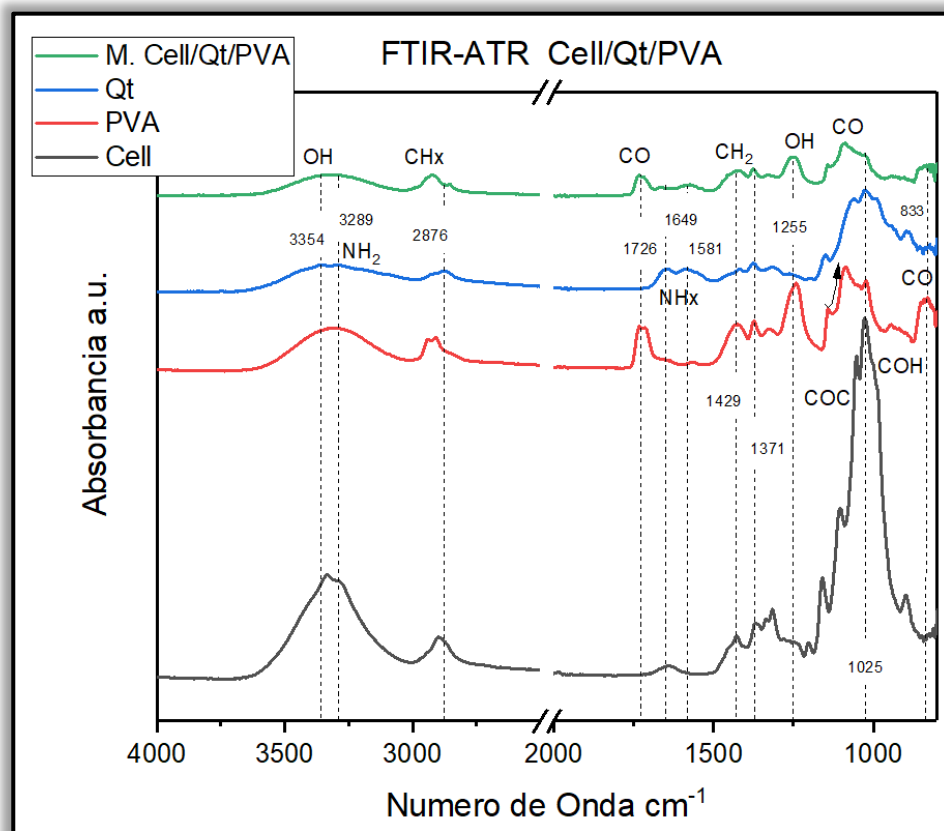


Figura VI.22 Señales en las bandas de caracterización FTIR del biopolímero de Cell (Cell), el polímero PVA (PVA), biopolímero de Qt (Qt), membrana de Cell, PVA y Qt (M Cell PVA Qt).

La caracterización FTIR de las membranas Cell/Qt/PVA muestra la presencia de señales características de los tres componentes, aunque con menor intensidad en comparación con los espectros individuales. La similitud estructural entre la quitosana y la celulosa se refleja en la similitud de las señales correspondientes a sus grupos funcionales. Sin embargo, se observa evidencia de interacción entre los tres componentes en la membrana.

La señal a los 3480 cm^{-1} en una banda ancha atribuible al enlace O-H presente en la celulosa, quitosana y PVA y la señal a los 2877 cm^{-1} es una región compleja con señales de estiramiento simétrico y asimétrico del grupo C-H presentes en los dos biopolímeros.

La señal a 1720 cm^{-1} se le puede atribuir a una formación de grupos $\text{C}=\text{O}$, debido a la presencia de PVA, así como la señal a los 1335 cm^{-1} son posibles enlaces $\text{O}-\text{H}$ característicos del PVA.

Mientras que las señales a los 1159 , 1074 y 1025 cm^{-1} representan grupos $\text{C}-\text{O}$ presentes en los grupos $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ y CH_2OH (quitosana y celulosa) y $\text{C}-\text{OH}$ (celulosa).

La presencia de la banda a 1720 cm^{-1} sugiere una interacción entre el PVA y los otros componentes en la banda de la membrana que tiene esta combinación de polímeros, mientras que la disminución en la intensidad de las señales características de la celulosa y la quitosana podría indicar una reorganización estructural debido a la formación de la membrana.

6.31 Dureza de las membranas de Cell/Q t/PVA

Tabla VI.26 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/Q t/PVA.

Ensayo de dureza Shore A en la membrana Cell/Q t/PVA				
lectura 1	lectura 2	lectura 3	lectura 4	lectura 5
45	46	45	47	48

En la tabla VI.26 se recopilaron los valores obtenidos de las pulsaciones realizadas en distintas partes de la muestra de acuerdo con la recomendación del equipo. En este caso el promedio de dureza shore A fue de 46.2 ± 0.406 .

6.32 Hidrofobicidad de las membranas de Cell/Q t/PVA

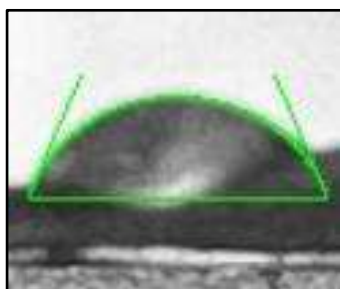


Figura VI.23 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/Q t/PVA (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Tabla VI.27 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/Q t/PVA (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Angulo de Contacto de la M Cell/Q t/PVA				
promedio Θ (grados)	desv. Est	volumen de la gota mm^3	superficie de contacto mm^2	superficie de la gota mm^2
64.851	6.729	1.11E-01	6.57E-01	9.35E-01

La tabla VI.27 presenta los ángulos de contacto obtenidos a partir de las fotografías mostradas en la Figura 23, junto con otros datos relevantes del ensayo. El análisis de los resultados indica que la membrana presenta un carácter hidrofílico, con un ángulo de contacto promedio de $64.8 \pm 12.3^\circ$.

6.33 Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA

Tabla VI.28 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA.

Parámetros de resistencia eléctrica de M Cell/Qt/PVA					
Corriente AH%		Voltaje VHz		Corriente AH%	
Combinaciones	Ampere	Volts	Combinaciones	Ampere	Volts
	0.0520	0.0005		0.0600	0.0010
1	0.0520	0.0005	5	0.0600	0.0009
	0.0520	0.0005		0.0600	0.0008
	0.0600	0.0002		0.0520	0.0002
2	0.0600	0.0001	6	0.0520	0.0004
	0.0600	0.0004		0.0520	0.0003
	0.0660	0.0001		0.0570	0.0001
3	0.0660	0.0002	7	0.0570	0.0002
	0.0660	0.0003		0.0570	0.0003
	0.0540	0.0004		0.0520	0.0002
4	0.0110	0.0006	8	0.0520	0.0004
	0.0110	0.0005		0.0520	0.0003
Ampere promedio:		0.0530	Volts promedio:		0.0004
Ampere mínimo:		0.011	Volts mínimo:		0.000
Ampere máximo:		0.066	Volts máximo:		0.001

Las mediciones de resistencia eléctrica realizadas en las membranas Cell/Qt/PVA arrojaron un valor de resistividad de $1.589 \Omega \cdot \text{cm}$. A partir de este valor, se determinó una conductividad eléctrica de $3.04 \times 10^{-4} \text{ S/cm}$.

6.34 Morfología de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%

6.34.1 Estadística del diámetro de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%

Tabla VI.29 Muestras (73) del diámetro de las fibras compuestas por Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 1%.

Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)
1	457.160	16	92.023	31	55.214	46	43.380	61	130.140
2	169.682	17	92.023	32	87.193	47	49.079	62	92.023
3	199.076	18	148.382	33	82.536	48	77.600	63	104.112
4	181.264	19	123.462	34	44.662	49	250.329	64	132.717
5	220.855	20	73.618	35	62.563	50	195.643	65	110.427
6	273.603	21	82.308	36	114.115	51	92.023	66	92.023

“Membranas nanoestructuradas de Celulosa Microcristalina/Quitosa reforzadas con Nanotubos de carbono de pared múltiple”

7	199.076	22	184.046	37	80.691	52	123.462	67	123.462
8	164.615	23	434.363	38	161.033	53	66.359	68	99.112
9	260.280	24	151.768	39	428.782	54	73.618	69	92.023
10	169.682	25	116.401	40	246.389	55	41.154	70	93.845
11	133.987	26	148.382	41	145.436	56	117.847	71	99.112
12	232.801	27	273.603	42	83.443	57	82.308	72	138.034
13	203.285	28	208.224	43	65.214	58	66.359	73	343.826
14	130.140	29	123.462	44	69.948	59	55.214		
15	58.200	30	92.023	45	76.869	60	66.359		

Tabla VI.30 Frecuencia con la que se repiten las longitudes del diámetro de las fibras de Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 1%.

Variable: Cell/PVA/Qt con MWCNTs al 1%, Distribución: Log-normal (diámetro de las fibras) $q = 1.16165$, $e = 2$, $p = 0.55944$								
Clases	Frecuencia	Acumulada	Percentil	Acumulada %	Frecuencia Relativa	Relativa Acumulada	Percentil Relativo	Relativa Acumulada %
≤ 45.4545	3	3	4.1096	4.1096	3.0779	3.0779	4.2163	4.2163
90.909	20	23	27.3973	31.5068	19.7894	22.8672	27.1087	31.3250
136.3636	23	46	31.5068	63.0137	20.5099	43.3771	28.0957	59.4207
181.8181	10	56	13.6986	76.7123	13.1407	56.5178	18.0009	77.4216
227.2727	7	63	9.5890	86.3014	7.3793	63.8971	10.1087	87.5303
272.7272	4	67	5.4795	91.7808	4.0130	67.9101	5.4972	93.0275
318.1818	2	69	2.7397	94.5205	2.1875	70.0976	2.9966	96.0241
363.6363	1	70	1.3699	95.8904	1.2109	71.3085	1.6588	97.6829
409.0909	0	70	0.0000	95.8904	0.6840	71.9925	0.9369	98.6199
454.5454	2	72	2.7397	98.6301	0.3947	72.3872	0.5407	99.1605
< Infinito	1	73	1.3699	100.0000	0.6128	73.0000	0.8395	100.0000

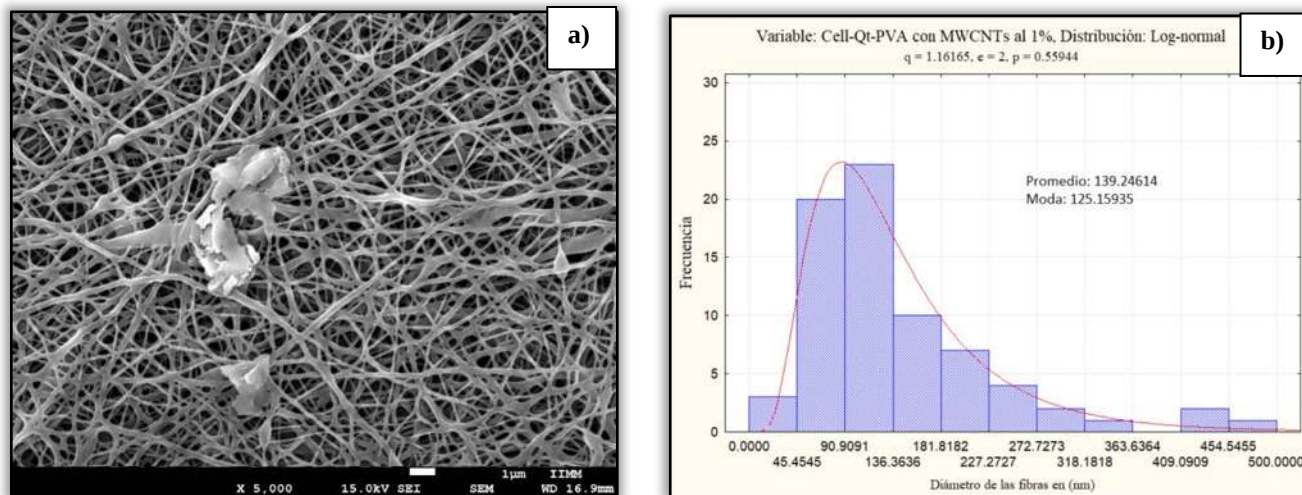


Figura VI.24 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 1% obtenidas y b) Grafica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.

La figura VI.24 presenta la micrografía MEB de las membranas Cell/Qt/PVA/MWCNTs al 1%. El análisis de la imagen revela un diámetro promedio de fibra de 139 ± 20.9 nm, obtenido mediante un ajuste de distribución "logaritmo normal". El valor más frecuente en el conjunto de datos correspondiente al diámetro de las fibras es de 125 nm.

Se observa una gran similitud morfológica entre las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs al 1% y las fibras compuestas únicamente por Qt, PVA y MWCNTs. Sin embargo, existen diferencias notables en cuanto al diámetro de las fibras.

A pesar de la presencia de aglomeraciones de MWCNTs no dispersos, las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs al 1% exhiben mayor uniformidad, menor diámetro y menor cantidad de ramificaciones en comparación con las fibras de Qt/PVA/MWCNTs al 1%.

6.34.2 Análisis elemental de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%

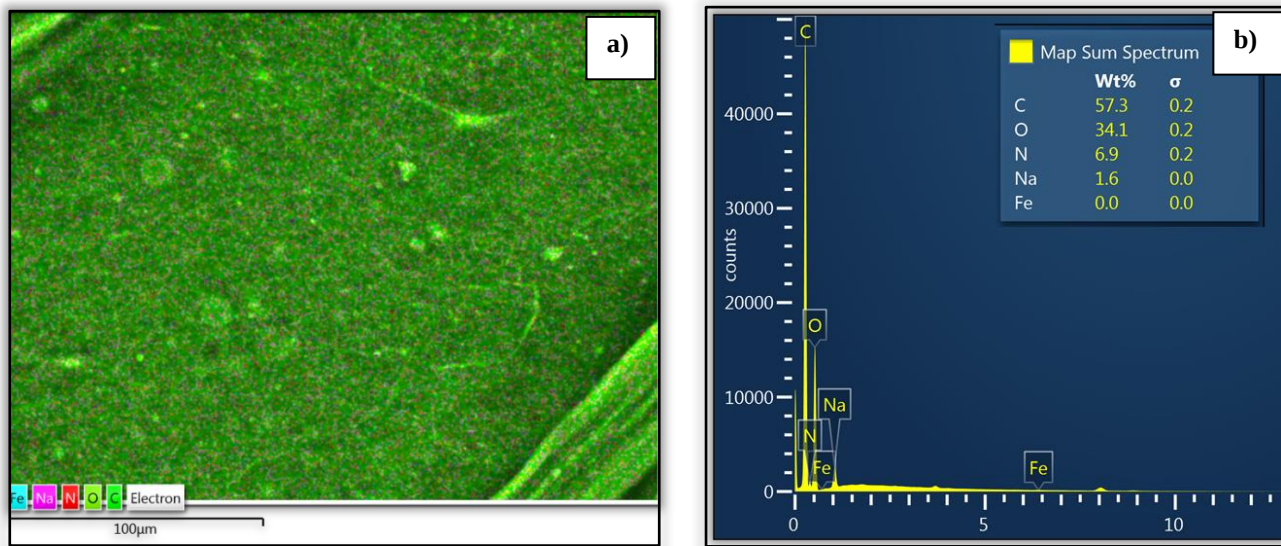


Figura VI.25 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de $4750 \mu\text{m}^2$ y b) Grafica EDS de nanofibras de Cell/Qt/PVA con inserción de MWCNTs al 1%.

El análisis químico EDS se empleó para determinar la composición atómica elemental en porcentaje de las membranas Cell/Qt/PVA/MWCNTs al 1%. Los resultados revelaron la siguiente distribución

- Carbono (C): 57.3%
- Oxígeno (O): 34.1%
- Nitrógeno (N): 6.9%
- Sodio (Na): 1.6%

6.35 Análisis elemental de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting

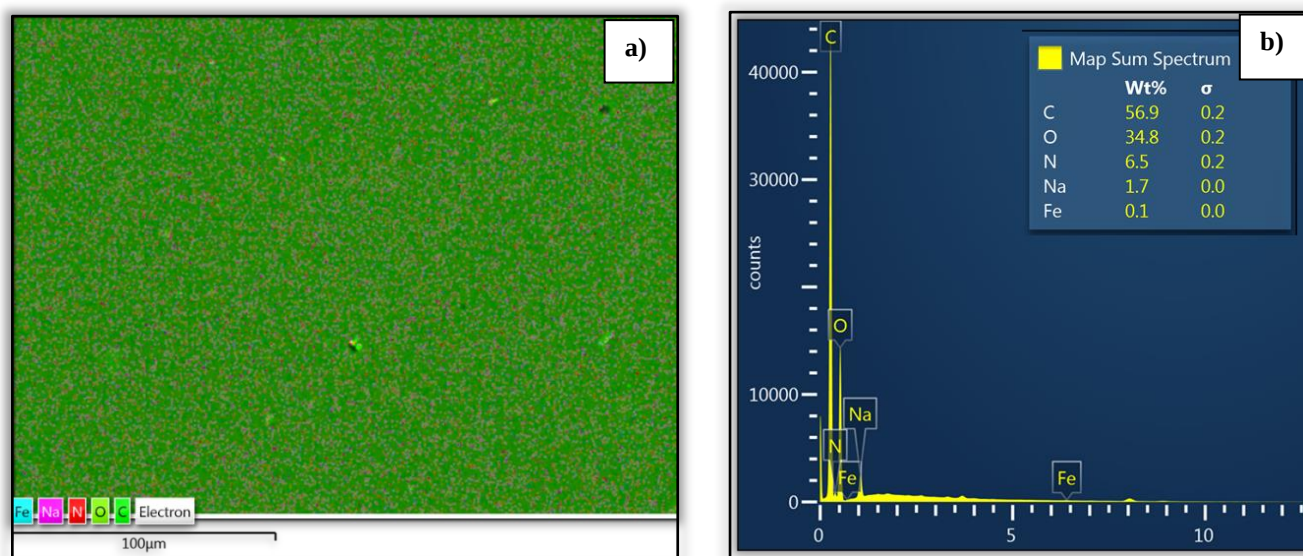


Figura VI.26 a) mapeo, a 500x en un área de $4750 \mu\text{m}^2$ y b) Grafica EDS de nanofibras de Cell/Qt/PVA con inserción de MWCNTs al 1% casting.

El análisis químico EDS se empleó para determinar la composición atómica elemental en porcentaje de las membranas Cell/Qt/PVA/MWCNTs al 1% preparadas por casting. Los resultados fueron los siguientes:

- Carbono (C): 56.9%
- Oxígeno (O): 34.8%
- Nitrógeno (N): 6.5%
- Sodio (Na): 1.7%
- Hierro (Fe): 0.1%

6.36 Dureza de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%

Tabla VI.31 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.

Ensayo de dureza Shore A en la membrana Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%				
lectura 1	lectura 2	lectura 3	lectura 4	lectura 5
52	50	49	50	50

Los valores de dureza se obtuvieron realizando mediciones en diferentes puntos de la muestra, siguiendo las recomendaciones del equipo utilizado para garantizar un promedio confiable. El valor promedio de dureza Shore A obtenido fue de 50.2 ± 0.263 .

6.36.1 Dureza de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting

Tabla VI.32 Resultados de dureza de la membrana compuesta por Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting.

Ensayo de dureza Shore A en la membrana Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting

lectura 1	lectura 2	lectura 3	lectura 4	lectura 5
53	57	55	55	56

La tabla V1. 32 presenta los valores de dureza obtenidos al realizar mediciones en diferentes puntos de la muestra. El promedio de dureza Shore A resultante es de 55.2 ± 1.483 .

6.36.2 Hidrofobicidad de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%

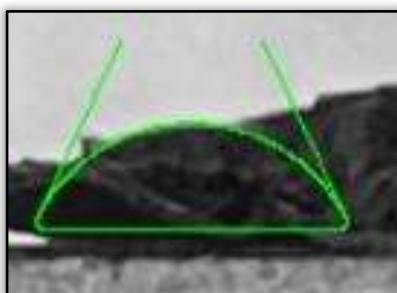


Figura VI.27 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Tabla VI.33 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Angulo de Contacto de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%				
promedio θ (grados)	desv. Est	volumen de la gota mm^3	superficie de contacto mm^2	superficie de la gota mm^2
61.342	2.136	2.06E-02	4.27E-01	4.56E-01

La tabla VI.33 muestra los grados de los ángulos formados por la gota en contacto con la superficie de la membrana. Los resultados indican que la membrana presenta características hidrofílicas, evidenciado por un bajo ángulo de contacto, con un valor de $61.3 \pm 4.806^\circ$.

6.36.3 Hidrofobicidad de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting

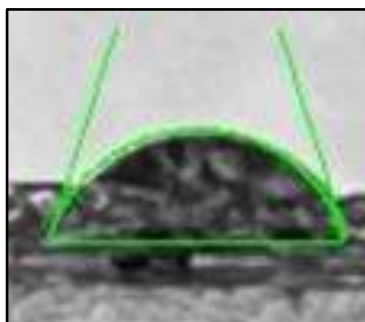


Figura VI.28 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Tabla VI.34 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% Casting (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Angulo de Contacto de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% Casting

promedio Θ (grados)	desv. Est	volumen de la gota mm ³	superficie de contacto mm ²	superficie de la gota mm ²
68.525	9.613	2.54E-02	2.24E-01	3.41E-01

Los resultados demuestran que la membrana presenta características hidrofílicas, con un bajo ángulo de contacto. El valor promedio obtenido es de $68.5 \pm 9.6^\circ$.

6.37 Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%

Tabla VI.35 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.

Parámetros de resistencia eléctrica de M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%					
Corriente AH%		Voltaje VHz		Corriente AH%	
Combinaciones	Ampere	Volts	Combinaciones	Ampere	Volts
	0.099	0.020		0.075	0.052
1	0.097	0.019	5	0.075	0.052
	0.094	0.022		0.075	0.053
	0.097	0.036		0.084	0.077
2	0.094	0.056	6	0.082	0.070
	0.093	0.011		0.080	0.070
	0.085	0.074		0.085	0.076
3	0.084	0.061	7	0.085	0.067
	0.084	0.060		0.084	1.062
	0.088	0.013		0.079	0.090
4	0.087	0.016	8	0.076	0.080
	0.085	0.013		0.078	0.077
Ampere promedio:		0.085	Volts promedio:		0.093
Ampere mínimo:		0.075	Volts mínimo:		0.011
Ampere máximo:		0.099	Volts máximo:		1.062

La resistividad de la membrana compuesta Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% se midió en $0.190 \Omega \cdot \text{cm}$. A partir de este valor, se calculó la conductividad eléctrica, resultando en $5.26 \times 10^{-4} \text{ S/cm}$.

6.37.1 Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting

Tabla VI.36 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% obtenidas por casting.

Parámetros de resistencia eléctrica de M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting					
Corriente AH%		Voltaje VHz		Corriente AH%	
Combinaciones	Ampere	Volts	Combinaciones	Ampere	Volts

“Membranas nanoestructuradas de Celulosa Microcristalina/Quitosana reforzadas con Nanotubos de carbono de pared múltiple”

	0.260	0.038		0.508	0.054
1	0.267	0.020	5	0.507	0.036
	0.273	0.023		0.505	0.037
	0.395	0.781		0.422	0.541
2	0.382	0.491	6	0.415	0.463
	0.379	0.121		0.403	0.346
	0.236	0.182		0.409	0.019
3	0.425	0.131	7	0.403	0.105
	0.421	0.111		0.404	1.113
	0.475	0.099		0.206	0.324
4	0.463	0.082	8	0.185	0.226
	0.458	0.075		0.165	0.188
Ampere promedio:		0.374	Volts promedio:		0.234
Ampere mínimo:		0.165	Volts mínimo:		0.020
Ampere máximo:		0.508	Volts máximo:		0.781

La tabla VI. 36 muestra los datos obtenidos para determinar la conductividad eléctrica en membranas compuestas por Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% utilizando el método de casting. A partir de estos datos, se obtuvo un valor de resistividad de 0.331 Ω .cm, lo que resulta en una conductividad eléctrica de 3.02×10^{-4} S/cm.

6.38 Morfología de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%

6.38.1 Estadística del diámetro de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%

Tabla VI.37 Muestras (73) del diámetro las fibras compuestas por Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 3%.

Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)	Muestra	Diámetro (nm)
1	189.710	16	390.420	31	92.023	46	314.497	61	245.547
2	443.241	17	718.014	32	107.316	47	140.165	62	599.492
3	313.418	18	372.664	33	92.023	48	184.046	63	258.320
4	314.497	19	331.793	34	208.224	49	143.744	64	140.165
5	214.632	20	449.313	35	189.487	50	110.427	65	169.682
6	214.632	21	437.471	36	92.023	51	92.023	66	447.802
7	447.802	22	386.934	37	304.650	52	577.915	67	221.620
8	92.023	23	147.236	38	390.420	53	426.891	68	82.308
9	104.112	24	285.716	39	75.884	54	288.077	69	205.769
10	165.641	25	202.450	40	73.618	55	107.316	70	158.322

“Membranas nanoestructuradas de Celulosa Microcristalina/Quitosa reforzadas con Nanotubos de carbono de pared múltiple”

11	339.363	26	457.160	41	78.084	56	78.084	71	347.257
12	239.259	27	261.578	42	92.023	57	92.023	72	110.427
13	181.264	28	143.744	43	169.682	58	202.450	73	110.427
14	281.536	29	140.165	44	75.884	59	140.165		
15	169.682	30	169.682	45	99.112	60	55.214		

Tabla VI.38 Frecuencia con la que se repiten las longitudes del diámetro de las fibras de Cell/QT/PVA con MWCNTs al 3%.

Variable: Cell/ Qt /PVA con MWCNTs al 3%, Distribución: Log-normal (diámetro de las fibras) $q = 1.22599$, $e = 3$, $p = 0.74678$								
Clases	Frecuencia	Acumulada	Percentil	Acumulada %	Frecuencia Relativa	Relativa Acumulada	Percentil Relativo	Relativa Acumulada %
≤ 88.8888	7	7	9.58904	9.5890	7.66396	7.66396	10.49857	10.4986
177.7777	26	33	35.61644	45.2055	24.29714	31.96110	33.28375	43.7823
266.6666	15	48	20.54795	65.7534	18.13657	50.09767	24.84461	68.6269
355.5555	10	58	13.69863	79.4521	10.24131	60.33897	14.02919	82.6561
444.4444	7	65	9.58904	89.0411	5.51757	65.85654	7.55832	90.2144
533.3333	4	69	5.47945	94.5205	2.99905	68.85560	4.10829	94.3227
622.2222	2	71	2.73973	97.2603	1.67037	70.52597	2.28818	96.6109
711.1111	0	71	0.00000	97.2603	0.95679	71.48276	1.31067	97.9216
< Infinito	2	73	2.73973	100.0000	1.51724	73.00000	2.07841	100.0000

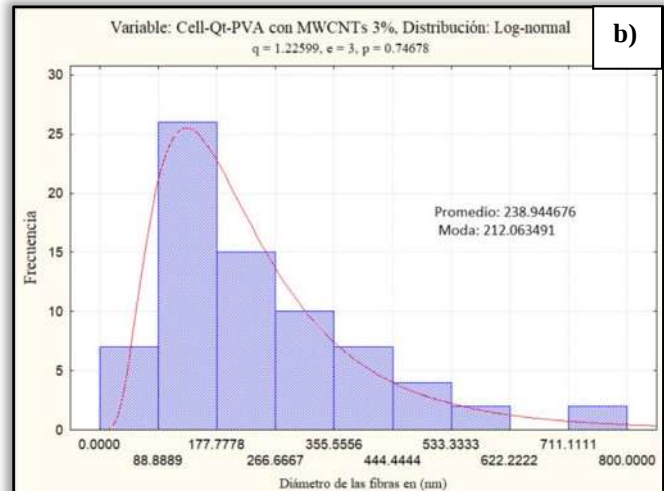
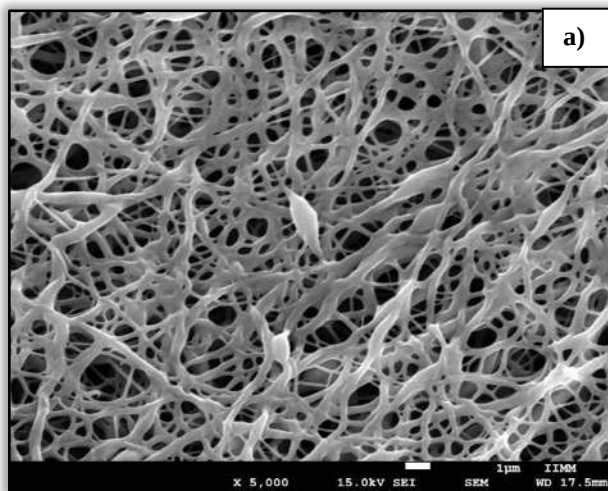


Figura VI.29 a) Micrografía a 5000x de resolución de la morfología de las fibras con Cell-QT-PVA con MWCNTs al 3% y b) Gráfica de la distribución de la frecuencia del diámetro de las fibras.

La gráfica correspondiente a la micrografía MEB muestra un diámetro promedio en "logaritmo normal" de 239 ± 35 nm para las fibras de Qt-PVA-MWCNTs al 3%. El valor que aparece con mayor frecuencia en el conjunto de datos del diámetro de las fibras es de 212 nm.

Se observó una clara diferencia morfológica entre las fibras de Qt-PVA-MWCNTs al 3% en comparación con las fibras obtenidas con una concentración de MWCNTs al 1%. Las fibras con mayor concentración de MWCNTs presentan una estructura más rugosa, con algunas deformidades visibles.

A pesar de no presentar ramificaciones, las fibras están entrelazadas y envolviéndose entre sí. Este comportamiento sugiere una buena interacción entre los MWCNTs y los biopolímeros, lo que podría resultar en la formación de fibras con propiedades mecánicas mejoradas, como lo reportan (Wang et al., 2018).

6.38.2 Análisis elemental de las fibras de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%

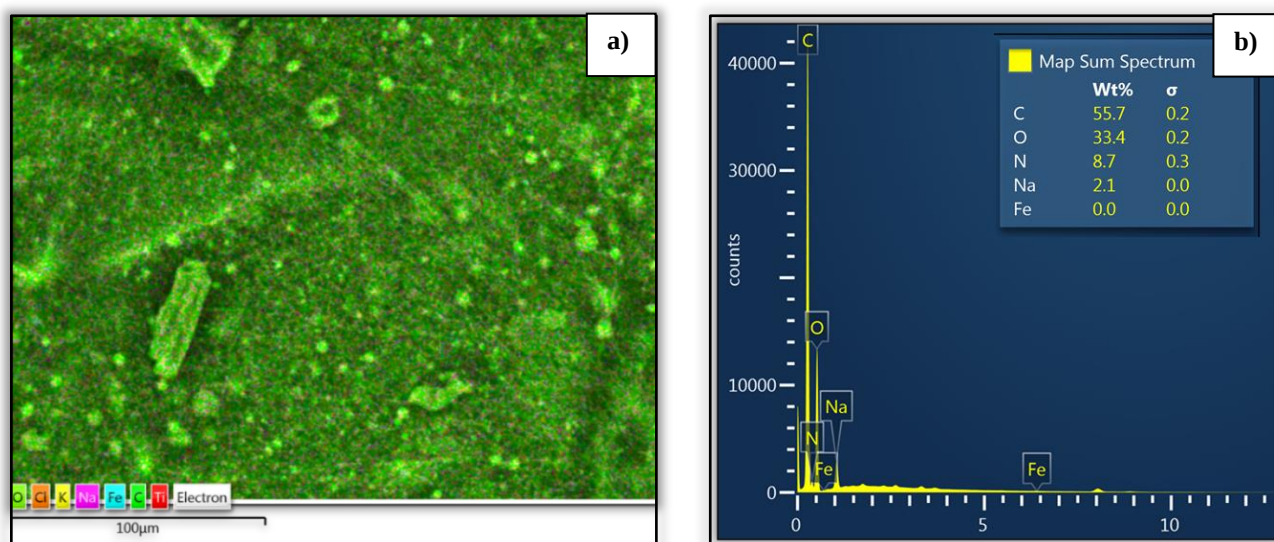


Figura VI.30 a) Mapeo EDS, a 500x en un área de $4750 \mu\text{m}^2$ y b) Gráfica EDS de nanofibras de Cell/Qt/PVA con inserción de MWCNTs al 3%.

El análisis químico por espectroscopía de dispersión de energía reveló la siguiente composición atómica elemental para las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%:

- Carbono (C): 55.7%
- Oxígeno (O): 33.4%
- Nitrógeno (N): 8.7%
- Sodio (Na): 2.1%

6.39 Análisis elemental de las fibras de Cell/Q t/PVA/MWCNTs 3% casting

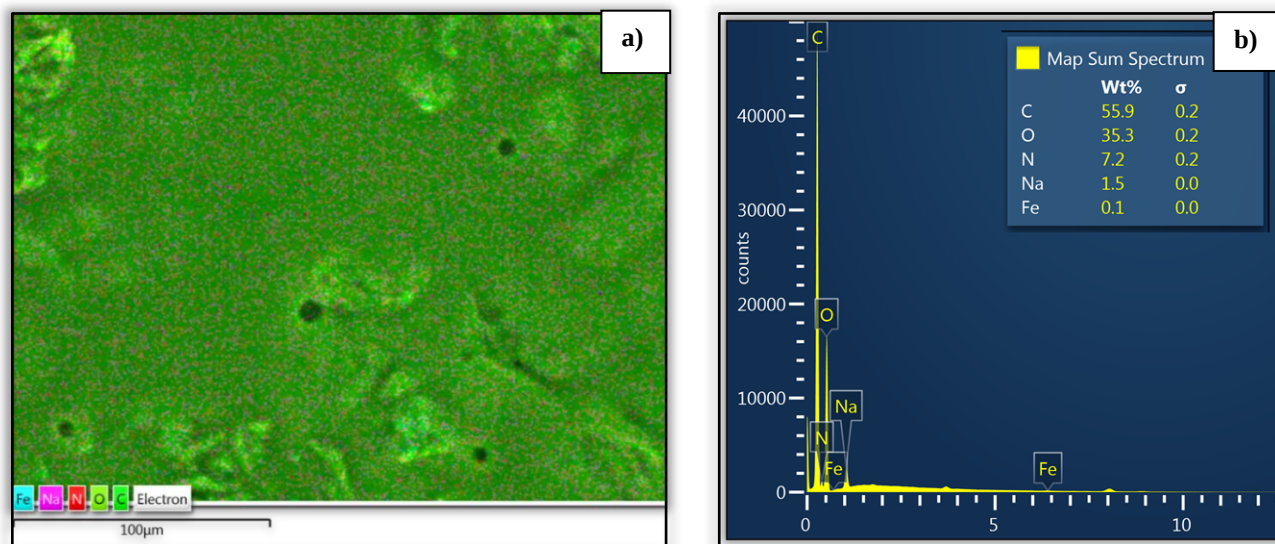


Figura VI.31 a) Microscopia, a 500x en un área de 4750 μm² y b) Grafica EDS de nanofibras de Cell/Q t/PVA con inserción de MWCNTs al 3% casting.

El análisis químico EDS, realizado a las membranas de Cell/Q t/PVA/MWCNTs 3% casting, reveló la siguiente composición atómica elemental porcentual:

Carbono (C): 55.9%

Oxígeno (O): 35.3%

Nitrógeno (N): 7.2%

Sodio (Na): 1.5%

Hierro (Fe): 0.1%

6.40 Análisis FTIR de las membranas de Cell/Q t/PVA/MWCNTs 1 y 3%

El análisis de FTIR revela que no existen diferencias estructurales significativas entre las membranas de Qt/Cell/PVA y aquellas con inserción de MWCNTs al 1% y 3%. En ambos casos, se mantienen presentes los grupos funcionales característicos de la mezcla de polímeros Qt, Cell y PVA OH, como NH, CH, C=O Y CO.

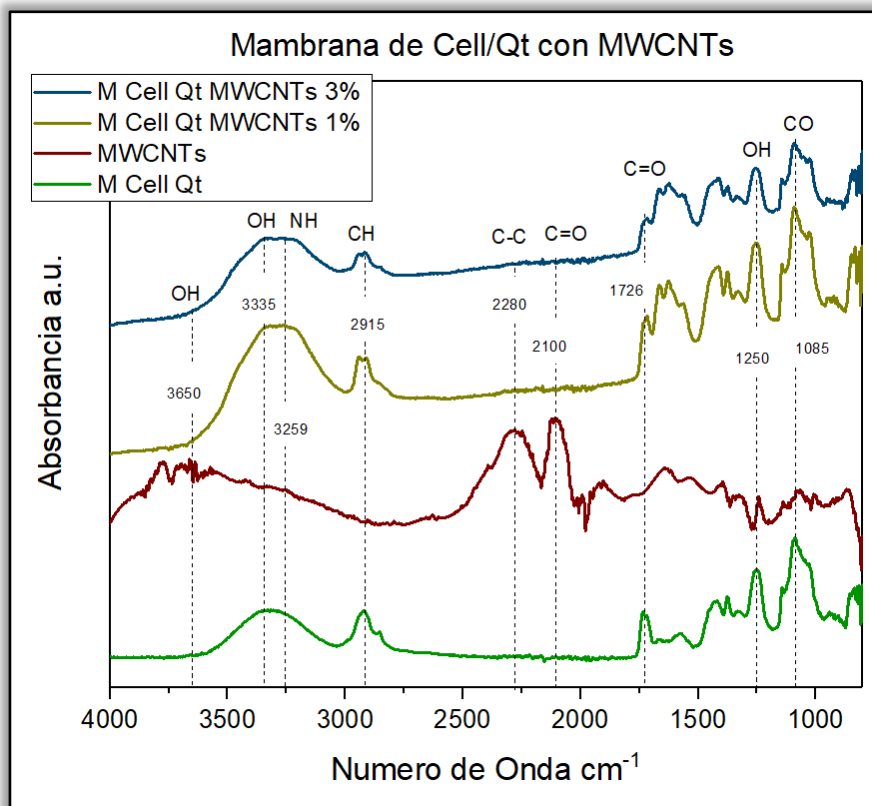


Figura VI.32 Señales en las bandas de caracterización FTIR de la membrana de Cell, PVA y Qt (M Cell PVA Qt), MWCNT, membrana de Cell Qt y MWCNTs al 1% (M Cell Qt MWCNTs 1%) y membrana de Cell Qt y MWCNTs al 3% (M Cell Qt MWCNTs 3%).

Los grupos carbonilo y otros grupos funcionales presentes en los MWCNTs interactúan principalmente con el biopolímero Qt. Esta interacción se evidencia en los espectros FTIR de las membranas con MWCNTs funcionalizados.

Las bandas de vibración de los MWCNTs, presentes entre 3700 y 3300 cm⁻¹, se traslapan con la banda de vibración de los grupos OH y NH. La banda en la región de 3700-3300 cm⁻¹ se intensifica y amplía, desplazándose de 3335 a 3259 cm⁻¹. Este cambio se atribuye a la formación de enlaces de hidrógeno entre los grupos OH y NH del Qt con los grupos carbonilo de los MWCNTs (Gómez Sanchez, 2020).

La señal a 1643 cm⁻¹ (amida I) y la banda a 1553 cm⁻¹ (flexión NH₂) experimentan un desplazamiento a 1630 cm⁻¹ y 1534 cm⁻¹, respectivamente. Este cambio sugiere una reacción entre el grupo -NH₂ del Qt y el grupo -COOH de los defectos en los MWCNTs, formando un enlace -NH-CO (Gómez Sanchez, 2020).

A pesar de la baja concentración de MWCNTs en las membranas, se pueden observar señales débiles correspondientes a los grupos OH en la señal a 3650 cm⁻¹, grupos C-C en la señal a 2280 cm⁻¹ y grupos C=O en la señal a 2100 cm⁻¹.

La intensidad de estas señales es ligeramente mayor en las membranas con MWCNTs al 3% en comparación con las de 1%.

6.41 Dureza de las membranas de Cell/Qt/PVA con MWCNTs 3%

Tabla VI.39 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.

Ensayo de dureza Shore A en la membrana Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%				
lectura 1	lectura 2	lectura 3	lectura 4	lectura 5
47	48	46	47	46

Se realizaron mediciones de dureza Shore en diferentes puntos de la muestra, siguiendo las recomendaciones del equipo utilizado para obtener un valor promedio confiable. El valor promedio de dureza Shore obtenido fue de 46.8 ± 0.895 .

6.41.1 Dureza de las membranas de Cell/Qt/PVA con MWCNTs 3% casting

Tabla VI.40 Resultados de las 5 lecturas de la muestra tomada de la membrana compuesta por Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting.

Ensayo de dureza Shore A en la membrana Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting				
lectura 1	lectura 2	lectura 3	lectura 4	lectura 5
55	54	54	55	53

Siguiendo las recomendaciones del equipo utilizado, se realizaron mediciones de dureza Shore A en diferentes puntos de la muestra para obtener un valor promedio confiable. Los valores registrados se presentan en la tabla VI.40 de 54.2 ± 0.598 .

6.42 Hidrofobicidad de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%

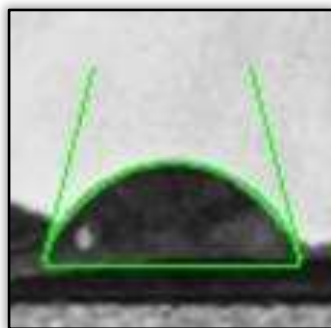


Figura VI.33 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Tabla VI.41 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Angulo de Contacto de la M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%				
promedio θ (grados)	desv. Est	volumen de la gota mm^3	superficie de contacto mm^2	superficie de la gota mm^2
71.445	3.697	2.30E-02	1.99E-01	3.17E-01

La tabla VI. 41 muestra los resultados de la prueba de ángulo de contacto, incluyendo los tres valores de ángulos (en grados). Estos datos se obtuvieron a partir de la figura correspondiente a la imagen tomada durante la prueba. El resultado muestra que la membrana es hidrofílica, con un ángulo de contacto bajo de $71.4 \pm 6.7^\circ$.

6.42.1 Hidrofobicidad de las membranas de Cell/Q/PVA/MWCNTs 3% casting

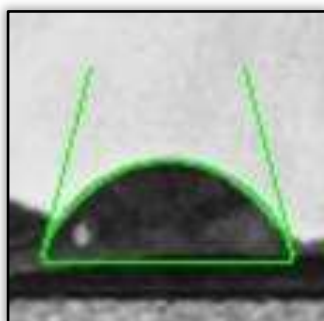


Figura VI.34 Fotografía tomada de la gota de agua formada en la superficie de la M Cell/Q/PVA/MWCNTs 3% casting (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Tabla VI.42 Parámetros de ángulo de contacto de la M Cell/Q/PVA/MWCNTs 3% castings obtenidos con (Drop analysis LB-ADSA de Image J).

Ángulo de Contacto de la M Cell/Q/PVA/MWCNTs 3% casting				
promedio Θ (grados)	desv. Est	volumen de la gota mm^3	superficie de contacto mm^2	superficie de la gota mm^2
77.406	6.049	1.80E-02	2.23E-01	2.90E-01

Los valores de ángulos de contacto, recopilados de la fotografía de la Figura VI.34, se presentan en la Tabla 42. Los resultados muestran que la membrana es hidrofílica, con un ángulo de contacto bajo de $77.4 \pm 6.04^\circ$.

6.43 Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/Q/PVA/MWCNTs 3%

Tabla VI.43 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/Q/PVA/MWCNTs 3%.

Parámetros de resistencia eléctrica de M Cell/Q/PVA/MWCNTs 3%					
Corriente AH%		Voltaje VHz		Corriente AH%	
Combinaciones	Ampere	Volts	Combinaciones	Ampere	Volts
1	0.120	0.179	5	0.130	0.103
	0.111	0.131		0.133	0.133
	0.096	0.119		0.132	0.124
2	0.225	0.034	6	0.052	0.006
	0.191	0.023		0.051	0.006
	0.162	0.020		0.050	0.006
	0.176	0.030		0.114	0.007

“Membranas nanoestructuradas de Celulosa Microcristalina/Quitosana reforzadas con Nanotubos de carbono de pared múltiple”

3	0.171	0.030	7	0.117	0.025
	0.170	0.031		0.114	1.012
	0.076	0.065		0.052	0.009
4	0.057	0.001	8	0.052	0.009
	0.700	0.078		0.052	0.008
Ampere promedio:		0.138	Volts promedio:		0.091
Ampere mínimo:		0.050	Volts mínimo:		0.001
Ampere máximo:		0.700	Volts máximo:		1.012

Tras realizar la prueba de resistencia eléctrica y sustituir los datos obtenidos, se determinó un valor de resistividad de $0.313 \Omega \cdot \text{cm}$. De acuerdo con las ecuaciones propuestas por (Soto Gonzales & Valiengo Valeri, 2011) en este trabajo, la conductividad eléctrica resultante en las membranas compuestas por Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% fue de $3.20 \times 10^{-4} \text{ S/cm}$.

6.43.1 Conductividad eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting

Tabla VI.44 Recopilación de los datos de resistencia eléctrica de las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% obtenidas por casting.

Parámetros de resistencia eléctrica de M Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting					
Corriente AH%		Voltaje VHz		Corriente AH%	
Combinaciones	Ampere	Volts	Combinaciones	Ampere	Volts
	0.700	0.400		0.600	1.266
1	0.701	0.420	5	0.594	1.220
	0.713	0.380		0.592	1.150
	0.704	0.290		0.611	0.650
2	0.699	0.220	6	0.612	0.630
	0.693	0.200		0.603	0.660
	0.714	0.860		0.570	1.760
3	0.707	0.800	7	0.544	1.720
	0.702	0.740		0.520	1.380
	0.981	0.024		0.592	0.900
4	0.966	0.019	8	0.583	0.853
	0.961	0.015		0.562	0.854
Ampere promedio:		0.676	Volts promedio:		0.725
Ampere mínimo:		0.520	Volts mínimo:		0.015
Ampere máximo:		0.981	Volts máximo:		1.760

Las membranas Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% fabricadas por casting exhiben una resistividad de 0.193 Ω .cm. En consecuencia, la conductividad eléctrica calculada es de 5.18×10^{-4} S/cm.

VII. DISCUSIÓN

7.1 Análisis morfológico de las fibras

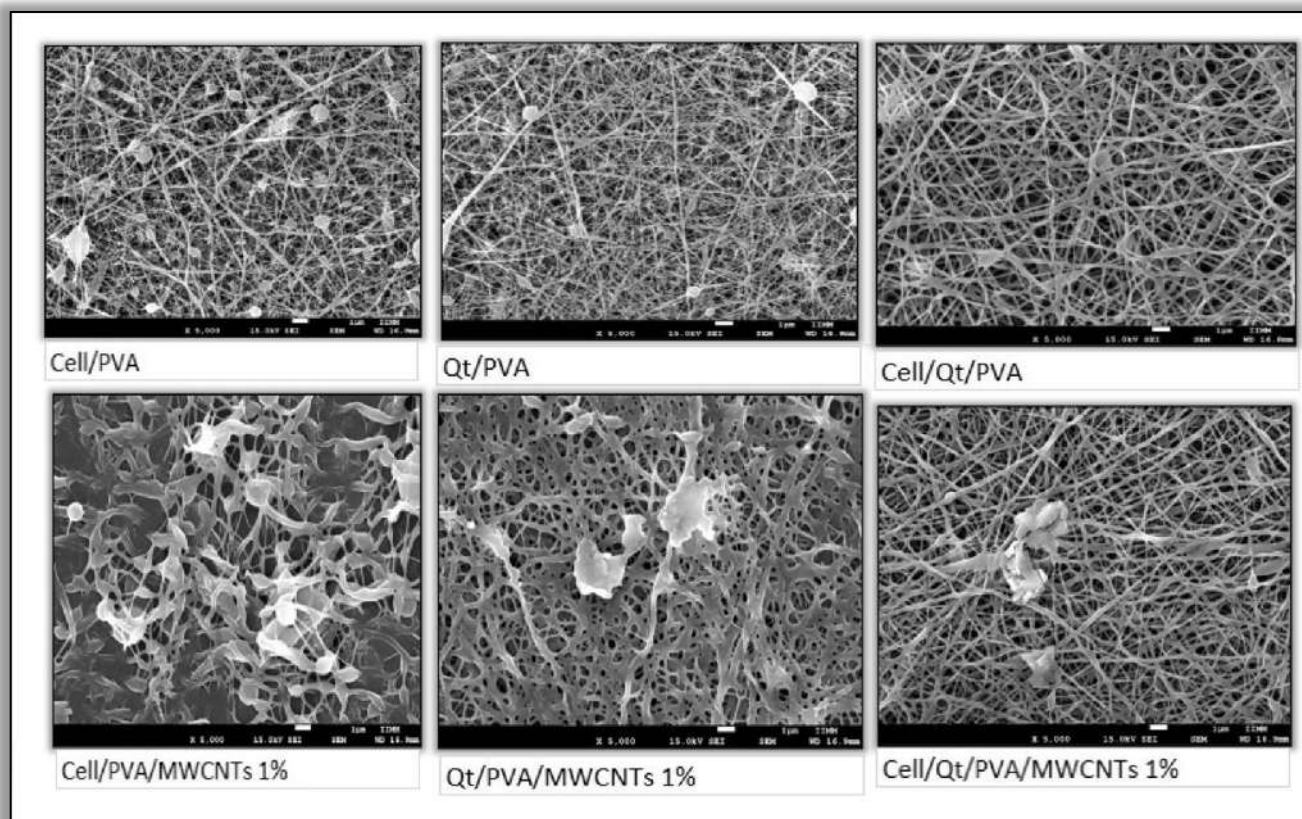


Figura VII.1 Fibras obtenidas por electrohilado de las combinaciones Cell/PVA, Qt/PVA, Cell/Qt/PVA, Cell/PVA/MWCNTs 1%, Qt/PVA/MWCNTs 1% y Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%.

Las micrografías de la Figura VII.1 muestran claramente las diferencias morfológicas entre las fibras electrohiladas de las combinaciones Cell/PVA, Qt/PVA y Cell/Qt/PVA con y sin MWCNTs al 1%. Las fibras sin MWCNTs presentan una estructura delgada y homogénea lo que sugiere una distribución uniforme de los polímeros base. En contraste, las fibras con MWCNTs al 1% muestran pequeños cúmulos entre las fibras, siendo más evidentes en las membranas de Qt/PVA y Cell/Qt/PVA lo que indica una posible aglomeración de los nanotubos durante el proceso de electrohilado. Estos cúmulos pueden deberse a una dispersión insuficiente de los MWCNTs o a interacciones no deseadas entre los componentes poliméricos y los nanotubos.

Es importante denotar que, en las micrografías de las fibras Cell/PVA/MWCNTs al 1%, no se aprecian los cúmulos. Sin embargo, estas fibras exhiben un mayor engrosamiento, lo que podría sugerir que los MWCNTs, aunque dispersos de manera más efectiva en esta matriz, influyen en el diámetro de las fibras.

A pesar del mayor grosor, las fibras mantienen una estructura relativamente uniforme, lo que podría ser indicativo de una interacción más eficiente entre los componentes en esta formulación.

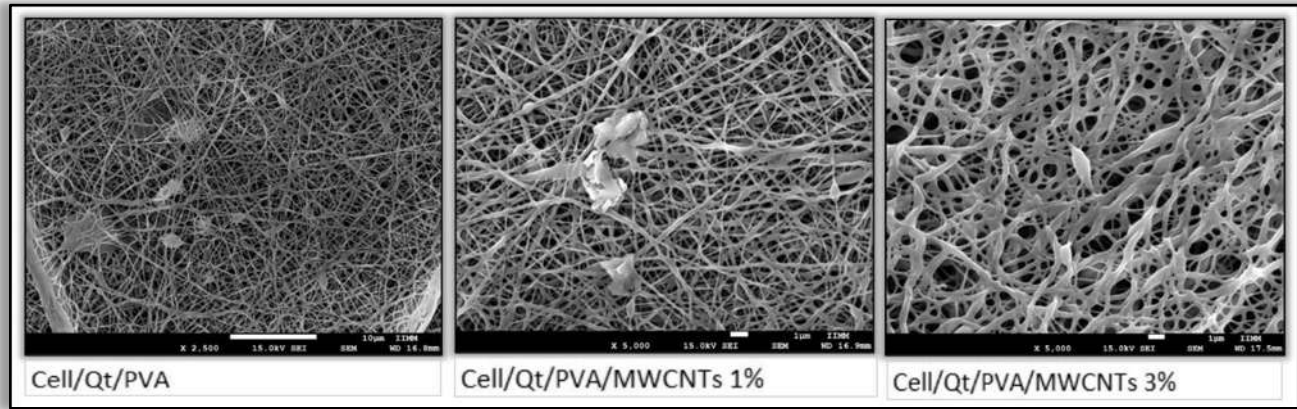


Figura VII.2 Micrografías de las membranas de Cell/Qt/PVA, Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% y Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.

La Figura VII.2 muestra las micrografías de las membranas compuestas por Cell, Qt y PVA, dopadas con MWCNTs al 1% y al 3%. En la imagen correspondiente a la membrana de Cell/Qt/PVA sin nanotubos se observa una estructura de fibras delgadas y uniformes, indicando una buena integración de los polímeros en la matriz sin la presencia de agregados o irregularidades morfológicas. Con la adición de MWCNTs al 1% y al 3% en ambas concentraciones, se observa una estructura de fibras uniformes, con una mayor concentración de MWCNTs (3%), los cúmulos son más visibles y pronunciados, lo que indica una dispersión menos homogénea en comparación con la concentración de 1%. Este aumento en la aglomeración podría deberse a la mayor tendencia de los nanotubos a formar redes entre ellos a concentraciones elevadas, lo cual puede resultar en un efecto sobre las propiedades mecánicas. Este comportamiento es consistente con lo reportado por (Wang et al., 2018) y (J. K. Y. Lee et al., 2018) quienes también observaron un engrosamiento de las fibras al ser dopadas con nanotubos de carbono.

7.1.1 Análisis estadístico del diámetro de las fibras

Se analizaron 73 parámetros de micrografías de las fibras, para determinar si existían diferencias significativas entre ellas. Se utilizó el método de Tukey (Keselman & Rogan, 1977) para la comparación múltiple, con un nivel de confianza del 95% ($\alpha = 0.05$).

Los resultados de este análisis permitieron determinar si existían diferencias estadísticas significativas entre los diámetros de las fibras en función de su composición. Se sugiere que la interacción entre los biopolímeros, el PVA y los grupos funcionales de los MWCNTs podría ser responsable del engrosamiento observado en las fibras.

Tabla VII.1 Datos estadísticos descriptivos del diámetro de las fibras.

Diámetro de las fibras en (nm), número de muestra (N=73) (promedio $\pm$ margen de error)						
Fibras	Promedio	Margen error	Mínimo	Máximo	Desv. Est.	Moda
Cell/PVA	115.8	12.6	41.2	337.9	53.9	108.4

Cell/PVA/MWCNTs 1%	303.6	52.7	70.1	885.0	226.0	268.0
Qt/PVA	84.0	6.3	35.8	148.4	26.8	79.9
Qt/PVA/MWCNTs 1%	324.6	44.9	82.3	874.6	192.4	293.6
Cell/Qt/PVA	109.0	10.0	41.2	239.3	43.0	103.3
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%	139.2	20.9	41.2	457.2	89.7	125.2
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%	238.9	35.9	55.2	718.0	153.9	212.1
	187.9					

La Tabla VII.1 presenta las medidas de tendencia central que resumen el comportamiento del diámetro de las fibras obtenidas por electrohilado. El diámetro promedio de las fibras obtenidas en este trabajo fue de 187.881 nm.

Es importante destacar que, a pesar de la inserción de MWCNTs, este valor se considera adecuado según los parámetros reportados por (Wang et al., 2018). Su investigación indica que la incorporación de CNTs en la fabricación de fibras puede resultar en diámetros nanométricos que oscilan entre 200 nm y 800 nm aproximadamente.

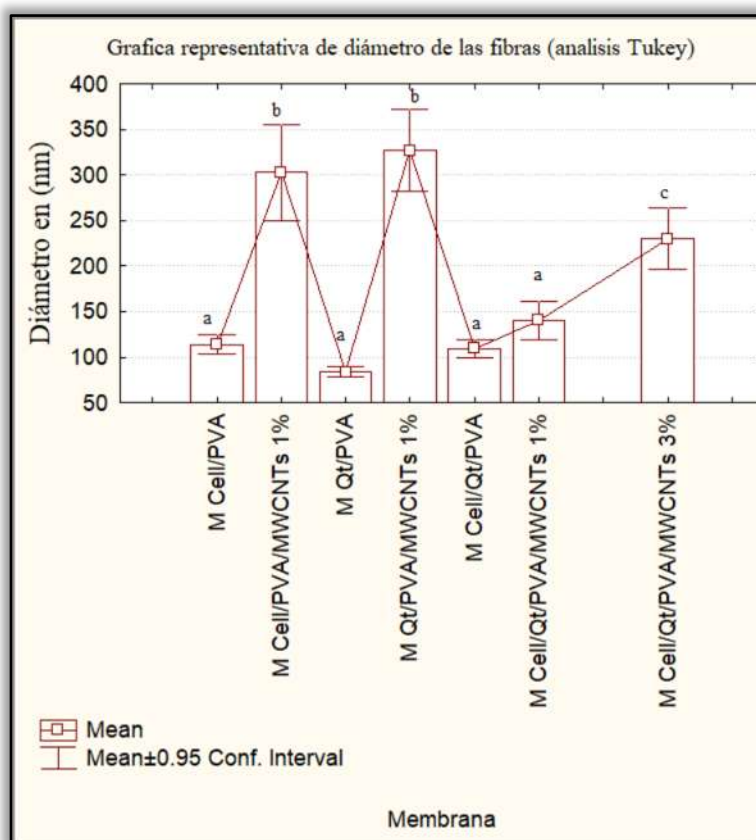


Figura VII.3 Grafica representativa del comportamiento estadístico del diámetro de las fibras (análisis Tukey).

El análisis de diámetro de las fibras en las membranas estudiadas, como se muestra en la Figura VII.3, revela diferencias significativas según la composición de las mismas.

Las membranas Cell/PVA/MWCNTs 1% (b) y Qt/PVA/MWCNTs 1% (b) presentan diámetros de fibra significativamente mayores en comparación con las membranas Cell/Qt/PVA/MWCNTs al 3% (c). Este engrosamiento de las fibras en los dos primeros casos sugiere una interacción particular entre cada biopolímero individual con el PVA y los MWCNTs al 1%.

La adición de MWCNTs al 3% muestra un aumento significativo en el diámetro de las fibras, con un valor promedio cercano a los 250 nm. Aunque este valor no es tan elevado como el de las muestras con 1% de MWCNTs, la presencia de Cell/Qt/PVA/ MWCNTs 3%, indica que este grupo es estadísticamente diferente de los demás. La menor dispersión observada en los diámetros y el aumento menos drástico en comparación con el 1% podría explicarse por la agregación de los nanotubos a concentraciones más altas, lo que impide una distribución uniforme y afecta la formación de las fibras.

Es importante destacar que la adición de MWCNTs, tanto al 1% como al 3%, en las membranas Cell/Qt/PVA resultó en un aumento significativo del diámetro de las fibras. Este comportamiento coincide con lo reportado por (Park, Ju, Son, Ahn, & Han, 2007) quienes observaron un incremento en el diámetro de las fibras al incorporar nanotubos de carbono.

Por otro lado, las membranas compuestas únicamente por Cell/Qt/PVA (a) muestran un diámetro de fibra menor en comparación con las membranas Cell/PVA (a). Este resultado puede atribuirse a la capacidad de la quitosana para interactuar con otras moléculas y formar soluciones. Su naturaleza policationica en medios ácidos promueve la ionización de sus grupos amino, haciéndola más moldeable que la celulosa (Lizardi-Mendoza, Monal, & Valencia, 2016).

A pesar del aumento observado, el diámetro de las fibras en las membranas con MWCNTs se mantiene relativamente bajo en comparación con los reportados por otros autores que utilizaron CNTs de pared simple, por ejemplo, (Mombini et al., 2019) quienes reportaron diámetros de fibra entre 100-200 nm para andamios funcionales en aplicaciones biomédicas.

7.2 Análisis FTIR de las membranas

De acuerdo con las señales de FTIR, los biopolímeros Cell y Qt interactuaron favorablemente e inicialmente entre sí y con el polímero de ensamble PVA que actuó enlazando los grupos funcionales de los biopolímeros, esto se pudo apreciar en la caracterización por FTIR donde las membranas obtenidas a partir de la mezcla de los biopolímeros con el PVA, lo cual es atribuible a que sus grupos funcionales y polaridad es altamente compatible.

De acuerdo con lo propuesto por (Gómez Sanchez, 2020) los espectros FTIR sugieren que los grupos amino e hidroxilo presentes en la Qt forman enlaces de hidrógeno con los MWCNT funcionalizados que contienen grupos carbonilo e hidroxilo. La compatibilidad y la interacción entre MWCNT y los biopolímeros Cell y Qt mejora a la dispersión de MWCNT funcionalizados en las membranas.

Las membranas de Qt/Cell/PVA en comparación con las membranas de Qt/Cell/PVA/MWCNTs al 1% y 3%, no presentaron una gran diferencia estructural, ya que se continuaron observando las señales atribuidas a los grupos funcionales OH, NH, CH, C=O Y CO de la mezcla de los polímeros Qt, Cell y PVA, lo que puede deberse al bajo grado en porcentaje de MWCNTs en las distintas formulaciones con las que se obtuvieron las membranas.

7.3 Análisis elemental de las membranas

Tabla VII.2 Porcentaje de masa atómica elemental presente en las membranas de Cell/PVA/MWCNTs 1%, Qt/PVA/MWCNTs 1%, Cell/Qt/PVA, Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% y Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%.

Porcentaje de masa atómica elemental					
Membranas	Carbono (C)	Oxígeno (O)	Nitrógeno (N)	Sodio (Na)	Hierro (Fe)
Cell/PVA	62.84	34.76	2.18	0.23	0
Cell/PVA/MWCNTs 1%	60.35	31.15	6.6	1.9	0.05
Qt/PVA	64.26	33.87	1.7	0.18	0
Qt/PVA/MWCNTs 1%	54.33	33.71	9.72	2.19	0.05
Cell/Qt/PVA	61.3	34.08	3.57	1.06	0
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%	57.33	34.13	6.93	1.57	0.05
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% Casting	56.92	34.79	6.51	1.71	0.06
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%	55.7	33.45	8.75	2.06	0.04
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% Casting	55.89	35.29	7.24	1.49	0.09

El estudio de Espectroscopía EDS cuyos resultados se presentan en la Tabla VII.2 reveló un incremento en la presencia de nitrógeno en las membranas de Cell/PVA, Qt/PVA y Cell/Qt/PVA, es importante destacar que, durante la formación de las membranas, los biopolímeros estuvieron en contacto con una solución de urea (solventes de los biopolímeros Cell y Qt) con hidróxido de sodio y ácido acético.

Adicionalmente, se detectó la presencia de hierro en las membranas con MWCNTs, y su porcentaje se incrementó con el aumento de la concentración de MWCNTs. Este fenómeno se le atribuye al desprendimiento del catalizador durante la síntesis de los MWCNTs mediante el proceso de síntesis CVD, un efecto común en este tipo de métodos (Cabero, 2005). Lo anterior confirma la presencia de los MWCNTs en las membranas.

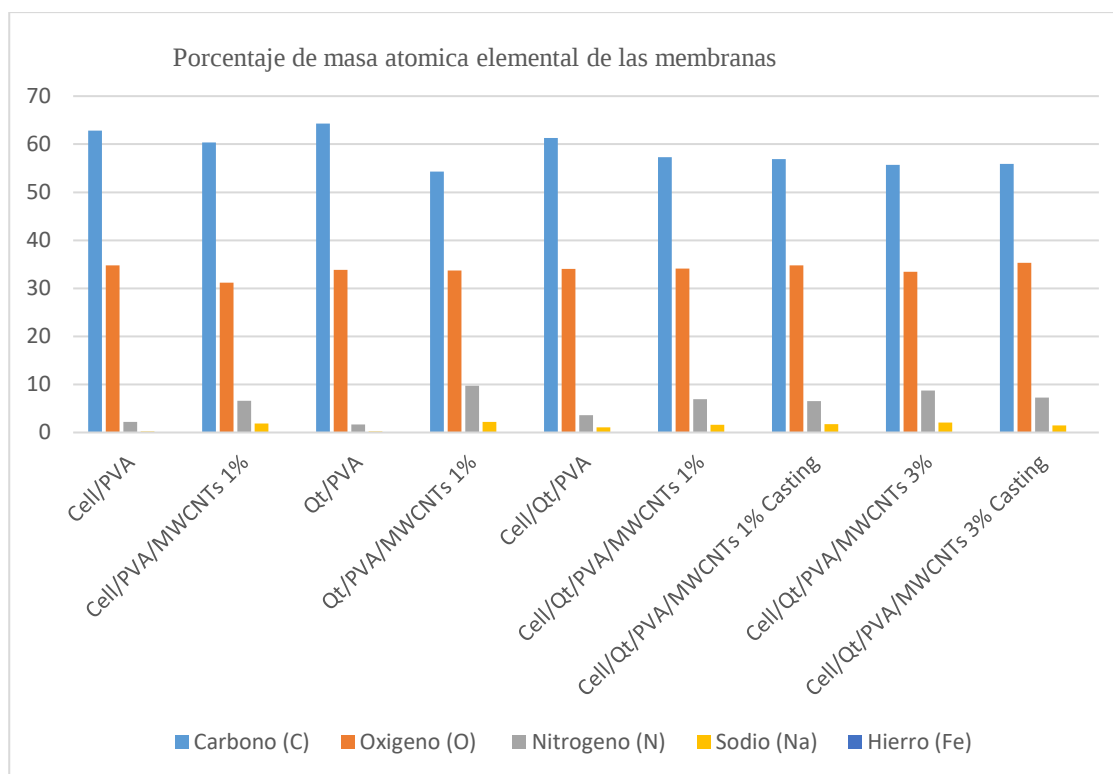


Figura VII.4 Grafica representativa del contenido elemental de las membranas.

La Figura VII.4 ilustra los cambios en el contenido elemental de las membranas de acuerdo a su composición.

El aumento del contenido de nitrógeno observado en las membranas se correlaciona con MWCNTs insertados (Cao, Dong, Li, & Lucia, 2009). Es importante destacar que, durante el proceso metodológico, los MWCNTs estuvieron en contacto con grupos amina presentes en el solvente y provenientes de Cell y QT. Esta mezcla, se sometió a sonicación.

Este procedimiento podría haber inducido una funcionalización adicional de los MWCNTs. En consecuencia, el proceso de electrohilado podría no haber sido efectivo para eliminar los elementos provenientes de los solventes. Esta hipótesis se ve reforzada por estudios previos como los de (Cabello et al., 2015), que demuestran la posibilidad de funcionalizar MWCNTs mediante sonicación con aminas aromáticas y ácido acético.

7.4 Análisis de dureza de las membranas

Tabla VII.3 Datos estadístico descriptivos de la dureza Shore A.

Dureza Shore A					
Membranas	Muestras	Promedio	Mínimo	Máximo	Desv. Est.
Cell/PVA	5	42.8	42	44	0.8
Cell/PVA/MWCNTs 1%	5	44.8	43	47	1.7
Qt/PVA	5	42.2	41	43	0.8
Qt/PVA/MWCNTs 1%	5	43.6	42	45	1.3

Cell/Qt/PVA	5	46.2	45	48	1.3
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%	5	50.2	49	52	1.0
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting	5	55.2	53	57	1.4
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%	5	46.8	46	48	0.8
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting	5	54.2	53	55	0.8
Prueba de Control Shore A	5	39.6	39	40	0.6

La tabla VII.3. presenta las medidas de tendencia central que describen el comportamiento de la dureza en las membranas. Para mejor interpretación de la información, se aplicó un análisis Tukey con un nivel de confianza del 95% (Keselman & Rogan, 1977).

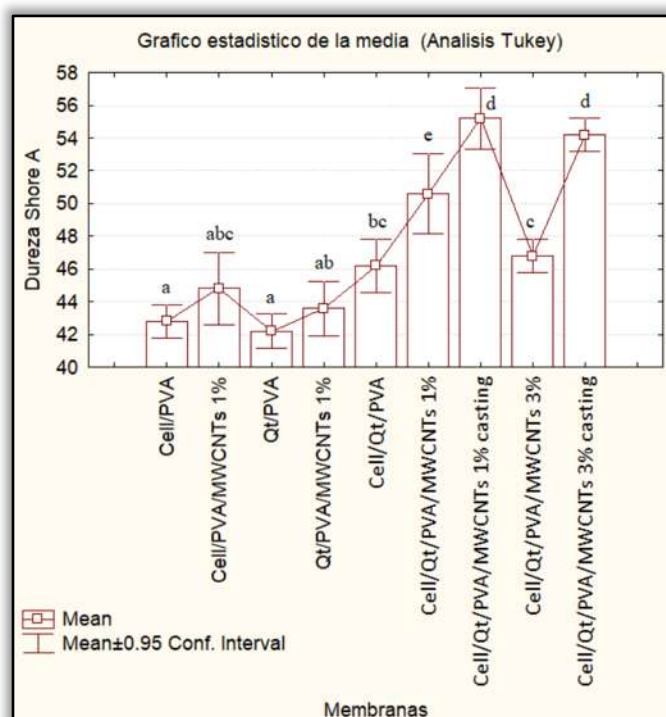


Figura VII.5 Gráfica representativa del comportamiento estadístico de la dureza Shore A de las membranas.

La gráfica de dureza de la Figura VII.5 muestra que las membranas con inserción de MWCNTs presentaron los mejores resultados, superando al grupo de los prístinos. Esto se atribuye a la alta compatibilidad de los MWCNTs con los biopolímeros Cell y Qt, lo que proporciona un refuerzo adicional a las membranas cómo se observa en los ensayos de dureza. Este fenómeno ha sido documentado previamente por (Wang et al. 2018).

Es importante destacar que la presencia de grupos hidroxilo en el Qt y la Cell promueve la absorción de humedad, aumentando la elasticidad del material. Sin embargo, el Qt, al ser más elástico que la Cell, presenta una menor resistencia a la tensión, lo que explica la disminución en sus propiedades mecánicas en comparación con las membranas que contienen un 1% de MWCNTs. Esta adición de MWCNTs compensa la baja ductilidad del Qt (Gómez Sanchez, 2020).

La Figura 5 muestra que las membranas compuestas por Cell y Qt presentan mayor dureza que aquellas elaboradas únicamente con Cell/PVA o Qt/PVA lo que concuerda con estudios previos (Wang et al., 2018) que demuestran la mejora en las propiedades físico-mecánicas al combinar estos dos biopolímeros.

En cuanto al método de fabricación, no se observan diferencias significativas en la dureza de las membranas. No obstante, las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% obtenidas por casting exhiben una ligera ventaja en comparación con las fabricadas por electrohilado.

Es importante mencionar que el aumento en la concentración de MWCNTs al 3% provoca una disminución en la dureza de las membranas, independientemente del método de fabricación. Aunque esta disminución no parece ser significativa, este comportamiento es esperable y ha sido reportado previamente (Mombini et al., 2019). La aglomeración de los MWCNTs, causada por su baja funcionalización y estructura cristalina, dificulta la formación de enlaces fuertes con los biopolímeros, debilitando la cohesión del material durante los ensayos mecánicos (Shokrgozar et al., 2011).

Un estudio realizado por (Gómez Sanchez, 2020) respalda esta observación, mostrando que una concentración de MWCNTs superior al 3% perjudica las propiedades mecánicas del nanocompuesto debido a la aglomeración de los MWCNTs.

Tabla VII.4 Valor en Modulo de Yong en MPa de la dureza Shore A en las membranas (promedio $\pm$ margen de error).

Membranas	Dureza Shore A	Módulo de Young (en MPa)
Cell/PVA	42.8 $\pm$ 0.8	2.320
Cell/PVA/MWCNTs 1%	44.8 $\pm$ 1.7	2.585
Qt/PVA	42.2 $\pm$ 0.8	2.246
Qt/PVA/MWCNTs 1%	43.6 $\pm$ 1.3	2.423
Cell/Qt/PVA	46.2 $\pm$ 1.3	2.789
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%	50.2 $\pm$ 1.0	3.463
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting	55.2 $\pm$ 1.4	4.538
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%	46.8 $\pm$ 0.8	2.881
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting	54.2 $\pm$ 0.8	4.299
Prueba de Control Shore A	39.6 $\pm$ 0.6	1.951

En este trabajo, se calcularon los valores promedio del módulo de Young, el cual se presenta en la tabla VII.4. junto con los datos de dureza Shore A y la deformación de las membranas, lo que permitió realizar un análisis integral de su dureza.

Los resultados indican que las membranas obtenidas por el método de casting presentan mayor rigidez mecánica en comparación con las obtenidas por electrohilado, lo que sugiere que la porosidad de las membranas podría ser un factor determinante en estas propiedades. Estudios previos, como el de (Sudhamani, Prasad, & Sankar, 2003) quienes fabricaron membranas de PVA mediante el método de casting con valores de dureza entre 3.5 y 5.6 MPa, valores reconocidos por ser apropiados en membranas con potencial de aplicación como andamios. Esto es relevante, ya que las membranas sintetizadas en este trabajo de investigación mantienen valores de dureza similares a los reportados por (Sudhamani et al.,

2003) y confirman la alta compatibilidad del PVA con los biopolímeros Cell y Qt, lo que permite que el PVA transfiera sus propiedades intrínsecas a la mezcla de estos materiales en las diferentes formulaciones.

7.5 Análisis de Hidrofobicidad de las membranas

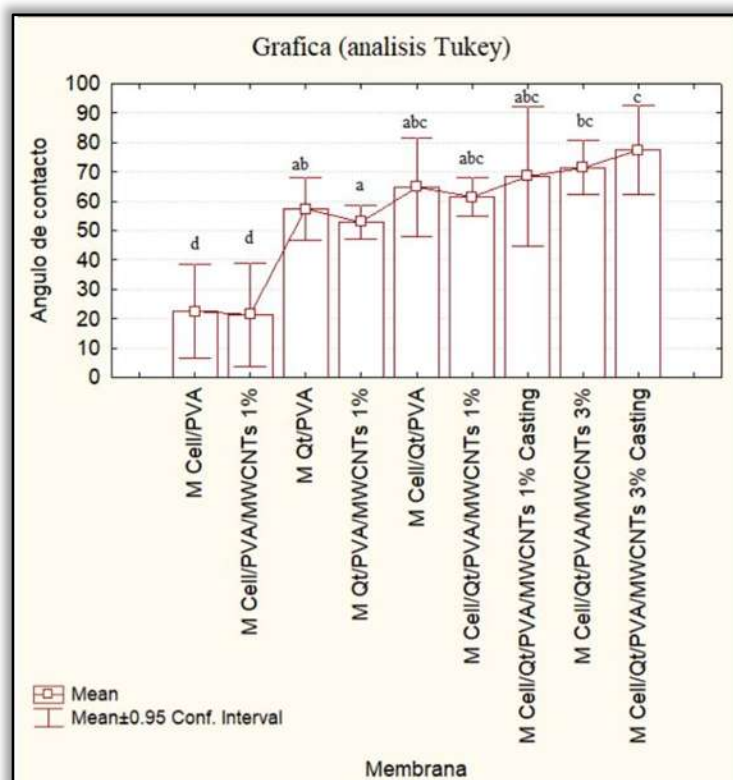


Figura VII.6 Gráfica representativa del comportamiento estadístico del ángulo de contacto de las membranas.

Tabla VII.5 Datos estadístico descriptivos del comportamiento de las membranas en cuanto a la hidrofobicidad que presentan.

ángulo de Contacto					
Membranas	Muestras	Promedio	Mínimo	Máximo	Desv. Est.
Cell/PVA	3	22.5	15.8	28.5	6.38
Cell/PVA/MWCNTs 1%	3	21.3	13.9	28.0	7.04
Qt/PVA	3	57.3	54.8	62.2	4.25
Qt/PVA/MWCNTs 1%	3	52.	50.4	55.0	2.30
Cell/Qt/PVA	3	64.8	57.6	70.9	6.72
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%	3	61.3	58.7	63.9	2.61
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% Casting	3	68.5	57.8	76.3	9.61
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%	3	71.4	67.5	74.9	3.69
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% Casting	3	77.4	71.8	83.8	6.04

Los resultados demostraron que las membranas poseen una superficie hidrofílica, aunque el ángulo de contacto varía según la composición de los materiales. Las membranas de Cell/PVA, con y sin MWCNTs,

fueron las más hidrofílicas presentando los ángulos de contacto más bajos. Por otra parte, aunque las membranas de Qt/PVA, con y sin MWCNTs, también fueron hidrofílicas, presentan un ángulo de contacto mayor den comparación con Cell/PVA.

Cuando se combinaron ambos biopolímeros (Cell y Qt) en las membranas de Cell/Qt/PVA se observó menos hidrofobicidad en comparación con las membranas con un solo biopolímero. Esto se debe a que la Qt, por su naturaleza, presenta mayor hidrofobicidad que la Cell (Sánchez Cepeda et al., 2016).

La adición de MWCNTs al 1% no generó un cambio significativo en la hidrofobicidad de las membranas. Sin embargo, se observó una ligera tendencia a un mayor ángulo de contacto en las membranas con MWCNTs, lo que indica una leve disminución en la humectabilidad de la superficie. Las membranas de Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 3% presentaron un ángulo de contacto notablemente mayor siendo más hidrofóbicas que las mismas membranas con un 1% de MWCNTs o sin ellos. Esto sugiere que una mayor concentración de MWCNTs podría influir en el aumento de la hidrofobicidad (Maldonado López, 2017). Los nanotubos de carbono pueden mejorar la permeabilidad de las membranas debido a sus propiedades estructurales y de superficie únicas (Barrejón & Prato, 2022).

Los nanotubos de CNTs de pared simple de menor diámetro tienden a exhibir una menor hidrofobicidad, mientras que los MWCNTs múltiples de mayor diámetro pueden intervenir en el tamaño de los poros de las membranas (Chadha et al., 2022) (Barrejón & Prato, 2022) la funcionalización de los nanomateriales de carbono también puede desempeñar un papel en la modificación de la humectabilidad de la membrana (Smith & Rodrigues, 2015).

Las membranas de Cell/Qt/PVA con MWCNTs al 1% y al 3% obtenidas por vaciado en placa (casting), mostraron ángulos de contacto mayores que aquellas fabricadas mediante electrohilado, lo que indica una menor capacidad de humectación en las membranas producidas por este método.

7.6 Conductividad eléctrica de las membranas

Tabla VII.6 Espesor de las fibras en (μm).

Cell/PVA	Cell/PVA/ MWCNTs 1%	Qt/PVA	Qt/PVA/M WCNTs 1%	Cell/Qt/PV A	Cell/Qt/PV A/MWCN Ts 1%	Cell/Qt/PV A/MWCN Ts 1% casting	Cell/Qt/PV A/MWCN Ts 3%	Cell/Qt/PV A/MWCN Ts 3% casting
20	22	21	42	18	90	50	70	42
21	35	20	36	16	90	61	81	58
28	25	20	52	25	90	38	77	47
19	16	21	48	27	83	44	52	48
19	21	24	47	22	90	40	65	56
16	31	18	51	29	81	44	44	51
17	23	18	34	18	90	47	67	46
19	28	29	37	20	82	52	70	50
18	27	18	38	19	90	49	42	54
18	25	24	41	17	84	43	67	57
Promedio	42							

Se realizaron 90 mediciones de espesor en las membranas, distribuidas en 10 parámetros. Se utilizó el promedio de todas las mediciones obtenidas, resultando en un espesor promedio de 42 μm .

Tabla VII.7 Conductividad eléctrica de las membranas.

Material	Método Van der Pauw		Parámetros de los materiales			Resultados		
	Voltaje VHz (V)	Corriente AH% (I)	Longitud (t) μm	(ohm) Ω	Area (A) cm^2 ($\Omega\text{.cm}$)	$R = \rho \cdot t / A$	$\times 10^{-4} (\Omega\text{.cm}) = (\text{S/cm}) \times 10^{-4}$	Siemens (S)
	Volts.	AMPERE.	espesor	resistencia $R = V/I$	resistividad $\rho = R \cdot A/t$	resistencia	conductividad $\sigma = 1/\rho$	conductancia $G = 1/R$
Cell/PVA	0.052	0.000	19.500	433.448	89.794	433.448	0.011	0.002
Cell/PVA/MW CNTs 1%	0.117	0.080	25.300	1.459	0.302	1.459	3.308	0.685
Qt/PVA	0.050	0.000	21.300	204.828	42.432	204.828	0.024	0.005
Qt/PVA/MWC NTs 1%	0.055	0.034	42.600	1.589	0.329	1.589	3.039	0.629
Cell/Qt/PVA	0.053	0.000	21.100	135.426	28.055	135.426	0.036	0.007
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1%	0.085	0.093	100.000	0.918	0.190	0.918	5.257	1.089
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% casting	0.374	0.234	46.800	1.599	0.331	1.599	3.018	0.625
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3%	0.138	0.091	63.500	1.509	0.313	1.509	3.198	0.663
Cell/Qt/PVA/MWCNTs 3% casting	0.676	0.725	50.900	0.932	0.193	0.932	5.180	1.073
		Longitud	43.444					

La tabla VII.7 presenta los datos de resistencia eléctrica obtenidos a partir de las ecuaciones del método de Van der Pauw (Soto Gonzales & Valiengo Valeri, 2011) descrito en la metodología de este trabajo.

Al inicio de la tabla VII.7, se muestran los promedios de voltaje y corriente obtenidos durante la prueba de resistencia eléctrica. La resistencia eléctrica se calculó dividiendo el voltaje entre la corriente medida para cada membrana elaborada por electrohilado. Se consideró un espesor promedio general de las membranas de 43.4 μm , obtenido a partir de los datos de espesor de las membranas fabricadas mostrados en la Tabla 6.

Asimismo, se consideró un área general de las muestras de 9 cm^2 para sustituir en la ecuación y obtener la resistividad eléctrica de las membranas. Este dato se registró en la sexta columna de la tabla VII.7 La conductividad eléctrica se obtuvo dividiendo 1 entre la resistividad y la conductividad se midió en $\Omega\text{.cm}$ y se convirtió a S/cm, homogenizando el resultado en $\times 10^{-4}$ de la notación científica.

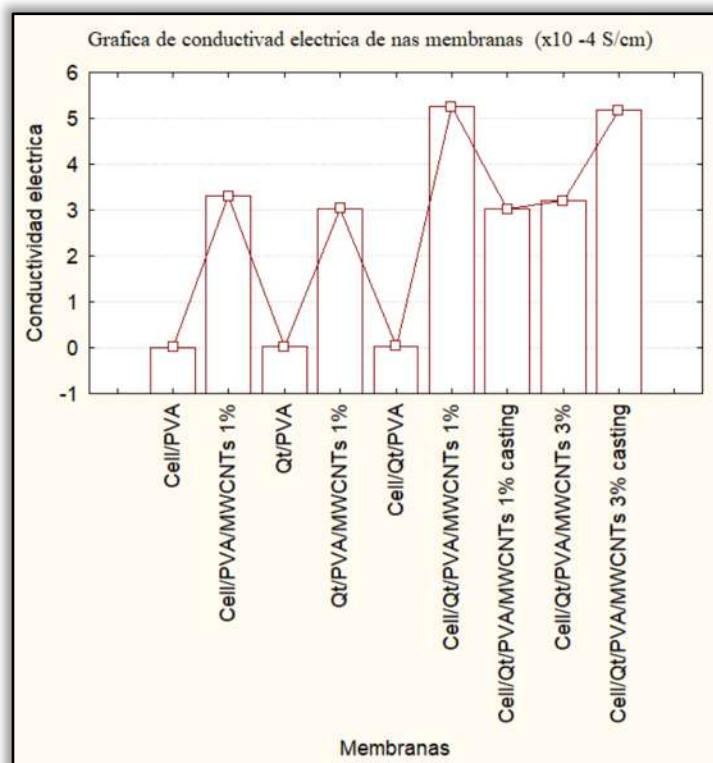


Figura VII.7 Gráfica representativa del comportamiento estadístico del ángulo de contacto de las membranas.

La gráfica VII.7 muestra un incremento significativo en la conductividad eléctrica de las membranas de Cell/PVA, Qt/PVA y Cell/Qt/PVA al incorporarles MWCNTs. Este comportamiento cumple uno de los objetivos principales del trabajo, ya que la capacidad conductora de los MWCNTs es ampliamente reportada en la literatura (Gómez Sanchez, 2020).

La conductividad eléctrica en las membranas con MWCNTs está directamente relacionada con factores como el diámetro, la dispersión y la concentración de los nanotubos en la matriz polimérica.

En las membranas con MWCNTs al 1%, independientemente de la matriz polimérica, se observó un incremento considerable en la conductividad eléctrica. Este resultado es consistente con estudios previos que reportan un aumento en la conductividad eléctrica en compuestos de matrices poliméricas, lo cual puede explicarse por la formación de redes conductoras dentro de la matriz (Gómez Sanchez, 2020). En particular, las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs 1% presentaron la mayor conductividad de todas las membranas analizadas alcanzando un valor de 5.257×10^{-4} S/cm.

Sin embargo, las membranas con una concentración de MWCNTs del 3% mostraron una disminución en la conductividad eléctrica. Esta reducción podría deberse a una disminución en la distancia entre los MWCNTs a altas concentraciones, lo que aumenta el contacto directo entre ellos y genera interferencias en la red de conductividad eléctrica, como lo sugiere (Mombini et al., 2019).

Asimismo, se observó que el método de fabricación influye significativamente en la conductividad. Las membranas producidas mediante el proceso de casting presentaron mayores valores de conductividad en comparación con aquellas obtenidas por electrohilado; en comparación con tejidos biológicos como el miocardio cuya conductividad eléctrica longitudinal y transversal se encuentra en el rango de que oscila entre 1.6×10^{-5} S/cm, y 5×10^{-5} S/cm

Estos resultados sugieren que las membranas desarrolladas, particularmente aquellas con una concentración de MWCNTs del 1%, poseen un gran potencial para ser utilizadas como andamios conductores en regeneración de tejido cardíaco (Mombini et al., 2019).

.

I. CONCLUSIONES

En este trabajo, se sintetizaron nanotubos de carbono de pared múltiple funcionalizados mediante el proceso de deposición química en fase vapor utilizando como precursor una fracción metanólica residual proveniente de la destilación de ron de caña. La caracterización por MEB-EDS, y espectroscopía FTIR confirmó la obtención de los MWCNTs, demostrando la viabilidad de este método de síntesis de bajo costo y corta duración utilizando acero inoxidable como catalizador.

- Se lograron sintetizar membranas compuestas de celulosa, quitosana y PVA, tanto con como sin nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNTs), utilizando el proceso de electrohilado. Las micrografías SEM confirmaron la formación de fibras homogéneas y uniformes en todas las formulaciones sin MWCNTs, mientras que las membranas dopadas con MWCNTs mostraron variaciones en la morfología, especialmente a concentraciones más altas, donde se observaron cúmulos significativos.
- La adición de MWCNTs al 1% y 3% resultó en un incremento notable en el diámetro de las fibras en comparación con las membranas sin nanotubos. Este aumento fue más evidente en las membranas Cell/PVA y Qt/PVA con MWCNTs al 1%, lo que sugiere una interacción eficaz entre los nanotubos y los biopolímeros. Sin embargo, la agregación de MWCNTs al 3% limitó la dispersión homogénea, lo que afectó la uniformidad del diámetro de las fibras.
- Los resultados de FTIR mostraron las interacciones favorables entre los biopolímeros con el PVA, formando enlaces que contribuyen a la estabilidad estructural de las membranas. La compatibilidad química entre los grupos funcionales polares de la Qt, la Cell y los grupos COOH de los MWCNTs funcionalizados fue evidente, lo que permitió una integración efectiva.
- El análisis EDS indicó la presencia de hierro en las membranas con MWCNTs, confirmando la incorporación de los nanotubos. Además, se observó un incremento en el contenido de nitrógeno y una disminución relativa de carbono y oxígeno, lo que se atribuye a la presencia de los MWCNTs y Qt.
- Las pruebas de dureza revelaron que la adición de MWCNTs mejoró las propiedades mecánicas de las membranas, especialmente en las formulaciones con un 1% de nanotubos. Las membranas reforzadas con MWCNTs mostraron mayor resistencia en comparación con las membranas prístinas, lo que sugiere que los nanotubos actuaron como refuerzos estructurales efectivos, aumentando la dureza sin comprometer la elasticidad del material.
- La adición de MWCNTs a las membranas mejoró la conductividad eléctrica, presentando los mejores resultados en las muestras al 3%. Esta propiedad refuerza el potencial de estas membranas para aplicaciones en campos donde se requieren propiedades de conductividad, como en la fabricación de sensores o dispositivos electrónicos flexibles.

Las membranas de biopolímeros reforzadas con MWCNTs obtenidas en este trabajo presentan características prometedoras en la ingeniería de tejidos cardiacos. La estructura de fibras homogéneas con poros interconectados proporciona un soporte adecuado para la proliferación celular, mientras que las propiedades conductoras de los MWCNTs podrían favorecer la comunicación celular. En particular, las membranas de Cell/Qt/PVA/MWCNTs al 1% mostraron un buen equilibrio entre propiedades mecánicas, conductoras y biocompatibles, lo que las convierte en candidatas prometedoras para futuras investigaciones en el desarrollo de andamios tisulares cardiacos.

I. REFERENCIAS

Uncategorized References

- Agulló, E., Rodríguez, M. S., Ramos, V., & Albertengo, L. J. M. b. (2003). Present and future role of chitin and chitosan in food. *3*(10), 521-530.
- Ando, Y., Zhao, X., Shimoyama, H., Sakai, G., & Kaneto, K. J. I. j. o. i. m. (1999). Physical properties of multiwalled carbon nanotubes. *1*(1), 77-82.
- Anisie, A., Oancea, F., & Marin, L. J. R. i. C. E. (2023). Electrospinning of chitosan-based nanofibers: From design to prospective applications. *39*(1), 31-70.
- Arroyo-Arroyo, C., Domratheva-Lvova, L., Béjar-Gómez, L. et al. . (2022). Recycling of the methanolic fraction obtained from rum distillation for carbon nanostructures synthesis. *MRS Advances*(December 2022), 1185–1188.
- Arruebo Gordo, M., & Irusta Alderete, S. (2021). Síntesis, caracterización y aplicación de apósitos nanoestructurados cargados con compuestos antimicrobianos de origen natural.
- Azuma, K., Ifuku, S., Osaki, T., Okamoto, Y., & Minami, S. J. J. o. b. n. (2014). Preparation and biomedical applications of chitin and chitosan nanofibers. *10*(10), 2891-2920.
- Barrejón, M., & Prato, M. J. A. M. I. (2022). Carbon nanotube membranes in water treatment applications. *9*(1), 2101260.
- Barrios, V. A. E., Méndez, J. R. R., Aguilar, N. V. P., Espinosa, G. A., & Rodríguez, J. L. D. (2012). *FTIR-an essential characterization technique for polymeric materials* (Vol. 4): InTech.
- Cabello, C. J., Sáenz, A., Pérez, C., López, L., Barajas, L., Cantú Sifuentes, L., & Ávila, C. J. R. L. d. M. y. M. (2015). Modificación de nanotubos de carbono de pared múltiple (MWNTC' s) usando ácido acético y anilina mediante radiación ultrasónica. *35*(1), 27-33.
- Cabero, M. P. (2005). *Cinética y mecanismo de la reacción de formación de nanotubos de carbono sobre catalizadores de hierro*. Universidad Autónoma de Madrid,
- Calderón Arenas, J. M., & Martínez Rincón, H. A. (2013). *Obtención de fibras poliméricas a partir de la técnica de "Electrospinning" para aplicaciones biomédicas*. Universidad Autónoma de Occidente,
- Cao, X., Dong, H., Li, C. M., & Lucia, L. A. J. J. o. A. P. S. (2009). The enhanced mechanical properties of a covalently bound chitosan-multiwalled carbon nanotube nanocomposite. *113*(1), 466-472.
- Chadha, U., Selvaraj, S. K., Thanu, S. V., Cholapadath, V., Abraham, A. M., Manoharan, M., & Paramsivam, V. J. M. R. E. (2022). A review of the function of using carbon nanomaterials in membrane filtration for contaminant removal from wastewater. *9*(1), 012003.
- Chen, J. L. (2012). Investigation of film forming properties of beta-chitosan from jumbo squid pens (*Dosidicus gigas*) and improvement of water solubility of beta-chitosan.
- Chhabra, V. A., Deep, A., Kaur, R., & Kumar, R. J. I. J. S. E. T. w. L. T. (2012). Functionalization of graphene using carboxylation process. *4*, 13-19.
- Chu, H.-A. J. F. i. p. s. (2013). Fourier transform infrared difference spectroscopy for studying the molecular mechanism of photosynthetic water oxidation. *4*, 146.
- Das, S. J. I. J. o. E. T., & Engineering, A. (2013). A review on Carbon nano-tubes-A new era of nanotechnology. *3*(3), 774-783.
- Dresselhaus, M. S., & Araujo, P. T. (2010). Perspectives on the 2010 nobel prize in physics for graphene. In: ACS Publications.
- Estrada, A., Medinaa, O., Quispeb, R., & Martínezc, A.(2016) Caracterización de la fabricación de un andamio de alcohol polivinílico (PVA) para la sobrevivencia celular
- Fernández, R. J., Mis, & Soberanis, C. R. R. (2011). Síntesis de nanoestructuras de carbono a partir de residuos sólidos de llanta de desecho.

- Franca, T., Goncalves, D., & Cena, C. J. V. S. (2022). ATR-FTIR spectroscopy combined with machine learning for classification of PVA/PVP blends in low concentration. *120*, 103378.
- Frey, M. W. J. P. R. (2008). Electrospinning cellulose and cellulose derivatives. *48*(2), 378-391.
- Fritsch, T., Hering, P., & Mürztz, M. J. J. o. B. R. (2007). Infrared laser spectroscopy for online recording of exhaled carbon monoxide—a progress report. *1*(1), 014002.
- Goldstein, A., Soroka, Y., Frušić-Zlotkin, M., Popov, I., & Kohen, R. J. J. o. m. (2014). High resolution SEM imaging of gold nanoparticles in cells and tissues. *256*(3), 237-247.
- Gómez Sanchez, A. (2020). Nanomateriales de Quitosano, Hidroxiapatita y nanotubos de carbono en ingeniería de tejido óseo.
- Goycoolea, F., Argüelles-Monal, W., Peniche, C., & Higuera-Ciapara, I. (2000). Chitin and chitosan. In *Developments in Food Science* (Vol. 41, pp. 265-308): Elsevier.
- Gutiérrez-García, C. J., Ambriz-Torres, J. M., de Jesús Contreras-Navarrete, J., Granados-Martínez, F. G., García-Ruiz, D. L., García-González, L., . . . Nanostructures. (2019). Synthesis of carbon spheres by atmospheric pressure chemical vapor deposition from a serial of aromatic hydrocarbon precursors. *112*, 78-85.
- Gutiérrez, C. (2010). *Introducción a la metodología experimental*: Editorial Limusa.
- Han, S. O., Youk, J. H., Min, K. D., Kang, Y. O., & Park, W. H. J. M. L. (2008). Electrospinning of cellulose acetate nanofibers using a mixed solvent of acetic acid/water: Effects of solvent composition on the fiber diameter. *62*(4-5), 759-762.
- Huhtamäki, T., Tian, X., Korhonen, J. T., & Ras, R. H. J. N. p. (2018). Surface-wetting characterization using contact-angle measurements. *13*(7), 1521-1538.
- Hutmacher, D. W. J. J. o. B. S., Polymer Edition. (2001). Scaffold design and fabrication technologies for engineering tissues—state of the art and future perspectives. *12*(1), 107-124.
- Journet, C., Maser, W., Bernier, P., Loiseau, A., de La Chapelle, M. L., Lefrant, d. S., . . . Fischer, J. J. n. (1997). Large-scale production of single-walled carbon nanotubes by the electric-arc technique. *388*(6644), 756-758.
- Karbasi, S., & Alizadeh, Z. M. J. B. o. M. S. (2017). Effects of multi-wall carbon nanotubes on structural and mechanical properties of poly (3-hydroxybutyrate)/chitosan electrospun scaffolds for cartilage tissue engineering. *40*, 1247-1253.
- Keselman, H., & Rogan, J. C. J. P. B. (1977). The Tukey multiple comparison test: 1953–1976. *84*(5), 1050.
- Kim, C.-W., Kim, D.-S., Kang, S.-Y., Marquez, M., & Joo, Y. L. J. P. (2006). Structural studies of electrospun cellulose nanofibers. *47*(14), 5097-5107.
- Kljun, A., Benians, T. A., Goubet, F., Meulewaeter, F., Knox, J. P., & Blackburn, R. S. J. B. (2011). Comparative analysis of crystallinity changes in cellulose I polymers using ATR-FTIR, X-ray diffraction, and carbohydrate-binding module probes. *12*(11), 4121-4126.
- Kouklin, N., Tzolov, M., Straus, D., Yin, A., & Xu, J. J. A. P. L. (2004). Infrared absorption properties of carbon nanotubes synthesized by chemical vapor deposition. *85*(19), 4463-4465.
- Larson, K. J. W. p., Dow Chemical Company. (2019). Can you estimate modulus from durometer hardness for silicones? Yes, but only roughly... and you must choose your modulus carefully.
- Laurer., L. E. W. K. h. (2014). “Ciencia y Tecnología sobre pulpa y papel” *Celulosa y Hemicelulosas.*, UNMSNH, Biblioteca Virtual
- Lee, A. D., Shepherd, P., Evernden, M. C., Metcalfe, D. J. C., & Materials, B. (2018). Measuring the effective Young's modulus of structural silicone sealant in moment-resisting glazing joints. *181*, 510-526.
- Lee, J. K. Y., Chen, N., Peng, S., Li, L., Tian, L., Thakor, N., & Ramakrishna, S. J. P. i. P. S. (2018). Polymer-based composites by electrospinning: Preparation & functionalization with nanocarbons. *86*, 40-84.
- Levin, R. I., & Rubin, D. S. (2004). *Estadística para administración y economía*: Pearson educación.
- Limpert, E., Stahel, W. A., & Abbt, M. J. B. (2001). Log-normal distributions across the sciences: keys and clues: on the charms of statistics, and how mechanical models resembling gambling machines offer a link to a

- handy way to characterize log-normal distributions, which can provide deeper insight into variability and probability—normal or log-normal: that is the question. 51(5), 341-352.
- Lizardi-Mendoza, J., Monal, W. M. A., & Valencia, F. M. G. (2016). Chemical characteristics and functional properties of chitosan. In *Chitosan in the preservation of agricultural commodities* (pp. 3-31): Elsevier.
- López, P. L. J. P. c. (2004). Población muestra y muestreo. 9(08), 69-74.
- Mahdiah, Z. M., Mottaghiab, V., Piri, N., & Haghi, A. K. J. K. J. o. C. E. (2012). Conductive chitosan/multi walled carbon nanotubes electrospun nanofiber feasibility. 29, 111-119.
- Maldonado López, L. E. (2017). *Obtención y caracterización de membranas poliméricas para desalinización de agua*.
- Malette, W. G., Quigley, H. J., Gaines, R. D., Johnson, N. D., & Rainer, W. G. J. T. A. o. t. s. (1983). Chitosan: a new hemostatic. 36(1), 55-58.
- Mansor, E. S., Abdallah, H., Shalaby, M., Shaban, A. J. E. N., Monitoring, & Management. (2023). Enhancement of reverse osmosis membranes for groundwater purification using cellulose acetate incorporated with ultrathin graphitic carbon nitride nanosheets. 19, 100760.
- Marchessault, R., Pearson, F., & Liang, C. J. B. e. b. a. (1960). Infrared spectra of crystalline polysaccharides: VI. Effect of orientation on the tilting spectra of chitin films. 45, 499-507.
- Mencías Carrera, P. A. (2022). *Desarrollo y caracterización de bioplásticos alginato-celulosa y quitosano-celulosa*. Quito: UCE,
- Miranda, T. M. R., Gonçalves, A. R., & Amorim, M. T. P. J. P. i. (2001). Ultraviolet-induced crosslinking of poly (vinyl alcohol) evaluated by principal component analysis of FTIR spectra. 50(10), 1068-1072.
- Mombini, S., Mohammadnejad, J., Bakhshandeh, B., Narmani, A., Nourmohammadi, J., Vahdat, S., & Zirak, S. J. I. j. o. b. m. (2019). Chitosan-PVA-CNT nanofibers as electrically conductive scaffolds for cardiovascular tissue engineering. 140, 278-287.
- Montes Pérez, S. (2020). Refuerzos celulósicos procedentes de residuos agrícolas. Aplicación de la nanocelulosa en la preparación de biocomposites biodegradables.
- Numnuam, A., Thavarungkul, P., Kanatharana, P. J. A., & chemistry, b. (2014). An amperometric uric acid biosensor based on chitosan-carbon nanotubes electrospun nanofiber on silver nanoparticles. 406, 3763-3772.
- Obert, E. F. (1973). Internal combustion engines and air pollution.
- Ohkawa, K., Cha, D., Kim, H., Nishida, A., & Yamamoto, H. J. M. r. c. (2004). Electrospinning of chitosan. 25(18), 1600-1605.
- Olmos, G. V. (2016). Alternativas de disolución de celulosa para la obtención de productos regenerados.
- Osorio-Delgado, M. A., Henao-Tamayo, L. J., Velásquez-Cock, J. A., Cañas-Gutierrez, A. I., Restrepo-Múnera, L. M., Gañán-Rojo, P. F., . . . Castro-Herazo, C. I. J. D. (2017). Aplicaciones biomédicas de biomateriales poliméricos. 84(201), 241-252.
- Özcan, M., Hotza, D., Fredel, M. C., Cruz, A., & Volpato, C. A. M. J. J. o. C. S. (2021). Materials and manufacturing techniques for polymeric and ceramic scaffolds used in implant dentistry. 5(3), 78.
- Park, K., Ju, Y. M., Son, J. S., Ahn, K.-D., & Han, D. K. J. J. o. B. S., Polymer Edition. (2007). Surface modification of biodegradable electrospun nanofiber scaffolds and their interaction with fibroblasts. 18(4), 369-382.
- Patrick Jr, C. W., Mikos, A. G., & McIntire, L. V. (1998). Prospectus of tissue engineering. In *Frontiers in tissue engineering* (pp. 3-11): Elsevier.
- Peppas, N. A., & Langer, R. J. S. (1994). New challenges in biomaterials. 263(5154), 1715-1720.
- Pérez, F., & Otocani, E. (2022). Memoria de forma en películas de quitosano-fibroína obtenidas con un solvente eutéctico.
- Pok, S., Vitale, F., Eichmann, S. L., Benavides, O. M., Pasquali, M., & Jacot, J. G. J. A. n. (2014). Biocompatible carbon nanotube–chitosan scaffold matching the electrical conductivity of the heart. 8(10), 9822-9832.

- Qi, P., Vermesh, O., Grecu, M., Javey, A., Wang, Q., Dai, H., . . . Cho, K. J. N. I. (2003). Toward large arrays of multiplex functionalized carbon nanotube sensors for highly sensitive and selective molecular detection. *3*(3), 347-351.
- Rathke, T. D., & Hudson, S. M. J. J. o. M. S., Part C: Polymer Reviews. (1994). Review of chitin and chitosan as fiber and film formers. *34*(3), 375-437.
- Reis, E. F. d., Campos, F. S., Lage, A. P., Leite, R. C., Heneine, L. G., Vasconcelos, W. L., . . . Mansur, H. S. J. M. R. (2006). Synthesis and characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogels and hybrids for rMPB70 protein adsorption. *9*, 185-191.
- Rojas Cortés, M. G., Vallejo Díaz, B. M., & Perilla, J. E. J. I. e. I. (2008). Los biopolímeros como materiales para el desarrollo de productos en aplicaciones farmacéuticas y de uso biomédico. *28*(1), 57-71.
- Ruiz, S., Tamayo, J. A., Delgado Ospina, J., Navia Porras, D. P., Valencia Zapata, M. E., Mina Hernandez, J. H., . . . Grande Tovar, C. D. J. (2019). Antimicrobial films based on nanocomposites of chitosan/poly (vinyl alcohol)/graphene oxide for biomedical applications. *Biomolecules*, *9*(3), 109.
- Sánchez Cepeda, Á. P., Vera-Graziano, R., Muñoz-Prieto, E. d. J., Gómez-Pachón, E. Y., Bernad-Bernad, M. J., & Maciel-Cerda, A. J. C. e. d. (2016). Preparación y caracterización de membranas poliméricas electrohiladas de policaprolactona y quitosano para la liberación controlada de clorhidrato de tiamina. *7*(2), 133-151.
- Santos, E., Yenque, J., Rojas, O., & Rosales, V. J. I. D. (2001). Acerca del ensayo de dureza. *2*(4), 73-80.
- Shigemasa, Y., Matsuura, H., Sashiwa, H., & Saimoto, H. J. I. J. o. B. M. (1996). Evaluation of different absorbance ratios from infrared spectroscopy for analyzing the degree of deacetylation in chitin. *18*(3), 237-242.
- Shokrgozar, M. A., Mottaghitab, F., Mottaghitab, V., & Farokhi, M. J. J. o. b. n. (2011). Fabrication of porous chitosan/poly (vinyl alcohol) reinforced single-walled carbon nanotube nanocomposites for neural tissue engineering. *7*(2), 276-284.
- Smith, S. C., & Rodrigues, D. F. J. C. (2015). Carbon-based nanomaterials for removal of chemical and biological contaminants from water: A review of mechanisms and applications. *91*, 122-143.
- Soto Gonzales, J. L., & Valiengo Valeri, S. J. B. (2011). Prueba de la conductividad eléctrica en la evaluación fisiológica de la calidad de semillas en *Zeyheria tuberculosa*. *32*(2), 197-202.
- Suárez, Ó. L., Martínez, M. P. P., & Cortizas, A. M. J. G. r. d. a. e. a. (2011). Aplicación de la Microscopía Electrónica de Barrido al estudio de los acabados de cerámica antigua de Galicia. *(30)*, 117-125.
- Sudhamani, S., Prasad, M., & Sankar, K. U. J. F. H. (2003). DSC and FTIR studies on gellan and polyvinyl alcohol (PVA) blend films. *17*(3), 245-250.
- Tien, N. D., Lyngstadaas, S. P., Mano, J. F., Blaker, J. J., & Haugen, H. J. J. M. (2021). Recent developments in chitosan-based micro/nanofibers for sustainable food packaging, smart textiles, cosmeceuticals, and biomedical applications. *26*(9), 2683.
- Torrent Burgués, J. (2013). Medida del ángulo de contacto.
- Tretinnikov, O., & Zagorskaya, S. J. J. o. A. S. (2012). Determination of the degree of crystallinity of poly (vinyl alcohol) by FTIR spectroscopy. *79*, 521-526.
- Van der Pauw, L. J. P. T. R. (1958). Van der Pauw's method of measuring resistivities on lamellae of non-uniform resistivity. *20*, 220-224.
- Vankeirsbilck, T., Vercauteren, A., Baeyens, W., Van der Weken, G., Verpoort, F., Vergote, G., & Remon, J. P. J. T. t. i. a. c. (2002). Applications of Raman spectroscopy in pharmaceutical analysis. *21*(12), 869-877.
- Velázquez Guzmán, J. A. (2024) Estudio de la influencia de los grupos funcionales de diversos biopolímeros en las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de las biopelículas.
- Verma, J., Petru, M., Goel, S. J. I. C., & Products. (2024). Cellulose based materials to accelerate the transition towards sustainability. *210*, 118078.
- Wang, Z., Yan, Y., Shen, X., Qian, T., Wang, J., Sun, Q., & Jin, C. J. P. (2018). Lignocellulose-chitosan-multiwalled carbon nanotube composites with improved mechanical strength, dimensional stability and fire retardancy. *10*(3), 341.

- Wiesmann, H. P., & Lammers, L. (2009). Scaffold structure and fabrication. In *Fundamentals of Tissue Engineering and Regenerative Medicine* (pp. 539-549): Springer.
- Woodfield, T. M., J %J Biomaterialsde, Wijn, JR; Peters, F.; Riesle, J.; van Blitterswijk, CA. (2004). Design of porous scaffolds for cartilage tissue engineering using a three-dimensional fiber-deposition technique. *25*(18), 4149-4161.
- Zhou, J., Yu, J., Shi, L., Wang, Z., Liu, H., Yang, B., . . . Xu, J. J. S. (2018). A conductive and highly deformable all-pseudocapacitive composite paper as a supercapacitor electrode with improved areal and volumetric capacitance. *14*(51), 1803786.

II. ANEXOS

Se participo en el 18 congreso del ICTI con el trabajo titulado: ANDAMIOS DE QUITOSANA PVA PARA APLICACIÓN EN BIOINGENIERÍA fue presentado en la sesión el día 6 de octubre de 2023 en Expo centro Morelia Michoacán.

Parte de este trabajo con clave única: LXVI-006689 y cuyo título es: SÍNTESIS DE MWCNTS A PARTIR DE FRACCIÓN METANÓLICA DE LA FERMENTACIÓN DE CAÑA DE AZÚCAR fue presentado en la sesión de Materia Condensada y Nanotecnología el día 12 de octubre de 2023 en Expo centro Planta Alta del centro de convenciones en Morelia Mich. dentro del programa del LXVI Congreso Nacional de Física.

Se participo con el trabajo titulado “SÍNTESIS DE NANOTUBOS DE CARBONO CON UN PRECURSOR INDUSTRIAL SUSTENTABLE en modalidad CARTEL con número de CÓDIGO SP-21 presentado en el 20o Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales el Jueves 9 de noviembre del 2023 en las instalaciones del Centro de Información, Arte y Cultura (CIAC) en Ciudad Universitaria, Morelia Michoacán.

Se presento el trabajo de nombre “ANDAMIOS DE QUITOSANA-PVA CON INSERCIÓN DE MWCNTs PARA APLICACIÓN EN BIOINGENIERÍA” en el área de MATERIALES Y POLÍMEROS en modalidad CARTEL con ID:228 en el XLV Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química A.C. (AMIDIQ) el día 18 de mayo del 2024 en el centro de convenciones en Ixtapan Zihuatanejo Mex.

Este trabajo se presentó en el congreso internacional de materiales número 32 realizado en Cancún, México del 18 al 23 de agosto del 2024 en modalidad poster en el simposio E6. Polymers as Versatile Materials, titled “STRENGTHENING BIOPOLYMER COMPOSITE MEMBRANES VIA ELECTROSPINNING CELLULOSE/CHITOSAN WITH MWCN.

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



A quien corresponda,

Por este medio, quien abajo firma, bajo protesta de decir verdad, declara lo siguiente:

- Que presenta para revisión de originalidad el manuscrito cuyos detalles se especifican abajo.
- Que todas las fuentes consultadas para la elaboración del manuscrito están debidamente identificadas dentro del cuerpo del texto, e incluidas en la lista de referencias.
- Que, en caso de haber usado un sistema de inteligencia artificial, en cualquier etapa del desarrollo de su trabajo, lo ha especificado en la tabla que se encuentra en este documento.
- Que conoce la normativa de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, en particular los Incisos IX y XII del artículo 85, y los artículos 88 y 101 del Estatuto Universitario de la UMSNH, además del transitorio tercero del Reglamento General para los Estudios de Posgrado de la UMSNH.

Datos del manuscrito que se presenta a revisión		
Programa educativo	Maestría en Ciencias y Tecnología de la Madera	
Título del trabajo	Membranas nanoestructuradas de Celulosa/Quitosana reforzadas con Nanotubos de carbono de pared múltiple	
	Nombre	Correo electrónico
Autor/es	Alheli Hernández Pérez	22201869@umich.mx
Director	Nelly Flores Ramírez	nelly.flores@umich.mx
Codirector	Lada Domratcheva Lova	lvova@umich.mx
Coordinador del programa	Abril Munro Rojas	abril.munro@umich.mx

Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Asistencia en la redacción	no	

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Traducción al español	sí	google Traductor
Traducción a otra lengua	no	
Revisión y corrección de estilo	no	
Análisis de datos	sí	Stitica 7
Búsqueda y organización de información	no	
Formateo de las referencias bibliográficas	sí	Ed Note
Generación de contenido multimedia	no	
Otro		

Datos del solicitante	
Nombre y firma	Alfredo Hernández <i>[Firma]</i>
Lugar y fecha	Morelia Michoacán a 18 de Noviembre 2024

Alhelí Hernández Pérez

Membranas nanoestructuradas de Celulosa Quitosana reforzadas con Nanotubos de Carbono de Pared Múlti

 Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

Detalles del documento

Identificador de la entrega

trn:oid::3117:407926218

Fecha de entrega

21 nov 2024, 10:35 a.m. GMT-6

Fecha de descarga

21 nov 2024, 10:38 a.m. GMT-6

Nombre de archivo

Membranas nanoestructuradas de Celulosa Quitosana reforzadas con Nanotubos de Carbono de....pdf

Tamaño de archivo

5.0 MB

95 Páginas

31,959 Palabras

169,341 Caracteres

16% Similitud general

El total combinado de todas las coincidencias, incluidas las fuentes superpuestas, para ca...

Fuentes principales

- 15%  Fuentes de Internet
- 10%  Publicaciones
- 0%  Trabajos entregados (trabajos del estudiante)

Marcas de integridad

N.º de alerta de integridad para revisión



Texto oculto

11 caracteres sospechosos en N.º de página

El texto es alterado para mezclarse con el fondo blanco del documento.

Los algoritmos de nuestro sistema analizan un documento en profundidad para buscar inconsistencias que permitirían distinguirlo de una entrega normal. Si advertimos algo extraño, lo marcamos como una alerta para que pueda revisarlo.

Una marca de alerta no es necesariamente un indicador de problemas. Sin embargo, recomendamos que preste atención y la revise.