

# **INDICE DE CONTENIDOS**

<b>I. INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>19</b>
<b>1. Aplicaciones de la Nanotecnología en el Sector Textil. ....</b>	<b>21</b>
1.1. Concepto de Nanotecnología. ....	21
1.2. Nanomateriales. ....	27
1.2.1. Nanopartículas derivadas del silicio. ....	28
1.2.1.1. Nanoarcillas. ....	28
1.2.1.2. Nanocompuestos tipo POSS. ....	29
1.2.1.3. Nanoesferas de sílice. ....	30
1.2.1.4. Nanoesferas de silicio. ....	30
1.2.2. Nanopartículas derivadas del carbono. ....	30
1.2.2.1. Fullerenos. ....	31
1.2.2.2. Nanotubos de carbono. ....	32
1.2.2.3. Nanofibras de carbono. ....	33
1.2.3. Nanopartículas metálicas y sus derivados. ....	34
1.2.3.1. Nanopartículas de plata. ....	34
1.2.3.2. Nanopartículas de oro. ....	34
1.2.3.3. Nanopartículas de cobre y de óxido de cobre. ....	35
1.2.3.4. Nanopartículas de dióxido de titanio. ....	35
1.2.3.5. Nanopartículas de pentóxido de antimonio. ....	36
1.2.4. Nanopartículas poliméricas: dendrímeros. ....	36
1.2.5. Nanomateriales: expectativas comerciales. ....	37
1.3. Nanotecnología aplicada en el Sector Textil. ....	38
1.3.1. Obtención de nanofibras. ....	38
1.3.1.1. Electrohilatura. ....	39
1.3.1.2. Hilatura por fusión de fibras bicompuestas tipo islands-in-sea. ....	40
1.3.2. Funcionalización de fibras sintéticas mediante la aditivación de nanopartículas (metales, nanotubos de carbono, nanoarcillas, etc.) ....	40
1.3.3. Hilatura y torcido de fibras basadas en nanotubos de carbono. ....	41
1.3.4. Funcionalización de tejidos mediante procesos de acabados en los que se empleen complejos nanoestructurados. ....	42
1.3.5. Nano-aditivación de recubrimientos polímeros de textiles (poliuretano, policloruro de vinilo, etc.).....	43
<b>2. Polipropileno: estructura química, propiedades y aplicaciones en el sector textil. ....</b>	<b>46</b>
2.1. Consideraciones químicas del Polipropileno. ....	46
2.1.1. Reacción de polimerización. ....	46
2.1.2. Estereoespecificidad. ....	47
2.2. Estructura y propiedades del polipropileno. ....	48

2.2.1. Estructura cristalina y microestructura. ....	49
2.2.2. Propiedades del polipropileno. ....	50
2.2.2.1. Punto de fusión. ....	50
2.2.2.2. Temperatura de transición vítrea. ....	51
2.2.2.3. Propiedades mecánicas. ....	51
2.2.2.4. Opacidad. ....	51
2.3. Fibras de polipropileno: aplicaciones. ....	52
<b>3. Nanopartículas de plata. ....</b>	<b>54</b>
3.1. Propiedades de la plata. ....	54
3.1.1. Estructura cristalina de la plata. ....	54
3.1.2. Propiedades antibacterianas de la plata. ....	55
3.1.2.1. Tipología bacteriana. ....	55
3.1.2.2. Morfología bacteriana. ....	57
3.1.2.3. Clasificación de las bacterias atendiendo a la técnica de análisis microbiológico de Tinción de Gram. ....	57
3.1.2.4. Propiedades antibacterianas de la plata. ....	60
3.2. Síntesis de nanopartículas de plata. ....	62
3.2.1. Síntesis “top down” de nanoplata. ....	62
3.2.1.1. Molienda mecánica. ....	63
3.2.1.2. Electro-explosión. ....	64
3.2.1.3. Detonación controlada. ....	64
3.2.1.4. Deposición en fase vapor. ....	64
3.2.1.5. Condensación en fase vapor. ....	69
3.2.2. Síntesis “bottom-up” de nanoplata. ....	70
3.2.2.1. Proceso sol-gel o síntesis húmeda. ....	70
3.2.2.2. Deposición química en fase vapor. ....	73
3.2.2.3. Combustion Chemical Vapor Condensation (CCVC). ....	75
3.2.2.4. Síntesis electroquímica. ....	76
3.3. Aplicación de nanopartículas de plata en el desarrollo de fibras antibacterianas. ....	77
<b>4. Tecnología de <i>compounding</i>: proceso de extrusión. ....</b>	<b>85</b>
4.1. Introducción. ....	85
4.1.1. Operaciones previas al proceso de aditivación. ....	86
4.1.1.1. Alimentación de materiales: sistemas de dosificación gravimétricos y volumétricos. ....	86
4.1.1.2. Pre-mezclado. ....	87
4.1.2. Sistemas de extrusión. ....	88
4.1.3. Aplicación de sistemas de extrusión de doble husillo co-rotante en el proceso de aditivación de nanopartículas en matrices poliméricas. ....	91
<b>5. Hilatura por fusión de fibras sintéticas. ....</b>	<b>98</b>
5.1. Introducción. ....	98
5.1.1. Etapas del proceso de hilatura por fusión. ....	100

5.1.1.1.	Etapa de proceso 1: extrusión. ....	100
5.1.1.2.	Etapa de proceso 2: hilatura. ....	101
5.1.1.3.	Etapa de proceso 3: enfriamiento o estabilización de los filamentos. ....	104
5.1.1.4.	Etapa de proceso 4: estirado. ....	104
5.1.1.5.	Etapa de proceso 5: bobinado. ....	105
5.2.	Extrusión de fibras de polipropileno. ....	105
5.2.1.	Índice de fluidez. ....	105
5.2.2.	Aceites de ensimaje. ....	106
5.2.3.	Aditivos de la fibra de polipropileno. ....	107
5.2.3.1.	Aditivos de proceso. ....	110
5.2.3.2.	Aditivos funcionales. ....	112
5.2.4.	Hilatura de fibras multifilamento de polipropileno. ....	117
<b>II.</b>	<b>PLANIFICACIÓN Y OBJETIVOS. ....</b>	<b>119</b>
1.	<b>Objetivos. ....</b>	<b>121</b>
2.	<b>Planificación de la investigación. ....</b>	<b>122</b>
<b>III.</b>	<b>EXPERIMENTAL. ....</b>	<b>131</b>
1.	<b>Materiales. ....</b>	<b>133</b>
1.1.	Polipropileno Moplen HP 561 S (Lyondell-Basell). ....	133
1.2.	Nanopartículas de plata. ....	133
1.2.1.	AgPURE Wax 5.1 (Rent a Scientist GmbH). ....	134
1.2.2.	S2-30 (NanoDynamics, Inc.). ....	134
1.2.3.	S2-80 (NanoDynamics Inc.). ....	136
1.2.4.	AG-M-03-NP.40 (American Elements, Inc.). ....	137
1.2.5.	AG-M-03-NPC.40 (American Elements, Inc.). ....	137
1.2.6.	AG-M-025M-NP.100N (American Elements, Inc.). ....	138
1.3.	Agentes compatibilizantes. ....	139
1.3.1.	Compatibilizante PP-anhídrido maleico (Sigma Aldrich). ....	139
1.3.2.	Compatibilizante SLIP ANTIBLOCK 93006 (IQAP Masterbatch Group, S.L). ....	140
1.3.3.	Compatibilizante PP-POSS MS0825 (Hybrid Plastics Inc.). ....	140
1.4.	Estabilizante térmico 92098 (IQAP Masterbatch Group, S.L). ....	141
1.5.	Aceite de ensimaje Fasavin CF 64 (Zschimmer & Schwarz GmbH & Co KG). ....	141
2.	<b>Equipos. ....</b>	<b>142</b>
2.1.	Sistema de compounding. ....	142
2.1.1.	Sistemas de alimentación. ....	143

2.1.2.	Sistema de extrusión de doble husillo co-rotante.....	144
2.1.3.	Peletizadora.....	147
2.2.	Sistema de extrusión de fibras termoplásticas.....	148
2.3.	Equipos auxiliares: desarrollo de probetas para la realización de ensayos de caracterización.....	151
2.3.1.	Sistema de inyección.....	151
2.3.2.	Equipo de tejeduría de punto circular.....	152
<b>3.</b>	<b>Procedimientos y métodos.....</b>	<b>154</b>
3.1.	Procedimiento para la preparación de mezclas polipropileno-nanoplata.....	154
3.1.1.	Desarrollo de sistemas polipropileno-nanoplata.....	155
3.1.1.1.	Desarrollo de sistemas polipropileno-nanoplata AgPURE Wax 5.1.....	155
3.1.1.2.	Desarrollo de sistemas polipropileno-nanoplata S2-30.....	156
3.1.1.3.	Desarrollo de sistemas polipropileno-nanoplata S2-80.....	157
3.1.1.4.	Desarrollo de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NP.40.....	158
3.1.1.5.	Desarrollo de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NPC.40.....	159
3.1.2.	Optimización de sistemas polipropileno-nanoplata.....	159
3.1.2.1.	Optimización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-30.....	160
3.1.2.2.	Optimización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-025M-NP.100N.....	161
3.1.3.	Fabricación de mezclas polipropileno-nanoplata aplicables en el proceso de hilatura por fusión.....	162
3.2.	Procedimiento de hilatura por fusión de granza de polipropileno aditivada con nanoplata.....	164
3.2.1.	Hilatura por fusión de fibras monocomponente.....	164
3.2.2.	Hilatura por fusión de fibras bicomponente.....	167
<b>4.</b>	<b>Técnicas de análisis y caracterización.....</b>	<b>169</b>
4.1.	Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....	169
4.1.1.	Fundamentos de la Calorimetría Diferencial de Barrido.....	169
4.1.2.	Equipos y técnicas empleados.....	171
4.2.	Difracción de Rayos X (XRD).....	172
4.2.1.	Fundamentos de la Difracción de Rayos X.....	173
4.2.2.	Equipos y técnicas empleados.....	175
4.3.	Microscopía electrónica de transmisión (TEM).....	176
4.3.1.	Fundamentos de la Microscopía Electrónica de Transmisión.....	176
4.3.2.	Equipos y técnicas empleados.....	179
4.4.	Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....	180
4.4.1.	Fundamentos de la Microscopía Electrónica de Barrido.....	180
4.4.2.	Equipos y técnicas empleados.....	182
4.5.	Caracterización de la actividad antibacteriana en placas de polipropileno-nanoplata.....	183

4.5.1. Equipos y técnicas empleados.....	184
4.6. Caracterización de propiedades físico-mecánicas en hilos de polipropileno-nanoplata.....	185
4.6.1. Determinación de la masa lineal.....	185
4.6.2. Determinación de la tenacidad y alargamiento a rotura.....	187
4.7. Caracterización química de hilos polipropileno-nanoplata.....	189
4.7.1. Determinación del contenido total de plata en hilos polipropileno-nanoplata.....	189
4.7.2. Determinación del contenido de plata extraíble en hilos polipropileno-nanoplata.....	190
4.8. Caracterización de la citotoxicidad en hilos de polipropileno-nanoplata.....	191
4.9. Caracterización de la actividad antibacteriana en hilos de polipropileno-nanoplata.....	192
4.10. Caracterización de la actividad antifúngica en hilos de polipropileno-nanoplata.....	193

#### **IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN..... 195**

##### **1. Desarrollo de sistemas polipropileno-nanoplata..... 197**

1.1. Estudio de propiedades térmicas de los sistemas polipropileno-nanoplata mediante calorimetría diferencial de barrido.....	198
1.1.1. Caracterización de la matriz de polipropileno Moplen HP 561S.....	198
1.1.2. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AgPURE Wax 5.1 (Rent a Scientist GmbH) mediante calorimetría diferencial de barrido.....	200
1.1.3. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-30 (NanoDynamics, Inc.) mediante calorimetría diferencial de barrido.....	201
1.1.4. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-80 (NanoDynamics, Inc.) mediante calorimetría diferencial de barrido.....	203
1.1.5. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NP.40 (American Elements, Inc.) mediante calorimetría diferencial de barrido.....	204
1.1.6. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NPC.40 (American Elements, Inc.) mediante calorimetría diferencial de barrido.....	204
1.1.7. Conclusiones parciales.....	205
1.2. Estudio del grado de dispersión de las nanopartículas de plata en la matriz de polipropileno mediante difracción de rayos X.....	207
1.2.1. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AgPURE Wax 5.1 (Rent a Scientist GmbH) mediante difracción de rayos X.....	208
1.2.2. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-30 (NanoDynamics, Inc.) mediante difracción de rayos X.....	211
1.2.3. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-80 (NanoDynamics, Inc.) mediante difracción de rayos X.....	213
1.2.4. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NP.40 (American Elements, Inc.) mediante difracción de rayos X.....	215

1.2.5. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NPC.40 (American Elements, Inc.) mediante difracción de rayos X. ....	218
1.2.6. Conclusiones parciales.....	220
1.3. Estudio del grado de dispersión de las nanopartículas de plata en la matriz de polipropileno mediante microscopía electrónica de transmisión. ....	221
1.3.1. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AgPURE Wax 5.1 (Rent a Scientist GmbH) mediante microscopía electrónica de transmisión. ....	222
1.3.2. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-30 (NanoDynamics, Inc.) mediante microscopía electrónica de transmisión. ....	223
1.3.3. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-80 (NanoDynamics, Inc.) mediante microscopía electrónica de transmisión. ....	224
1.3.4. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NP.40 (American Elements, Inc.) mediante microscopía electrónica de transmisión. ....	225
1.3.5. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NPC.40 (American Elements, Inc.) mediante microscopía electrónica de transmisión.....	226
1.3.6. Conclusiones parciales.....	227
1.4. Estudio del grado de dispersión de las nanopartículas de plata en la matriz de polipropileno mediante microscopía electrónica de barrido. ....	228
1.4.1. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AgPURE Wax 5.1 (Rent a Scientist GmbH) mediante microscopía electrónica de barrido. ....	228
1.4.2. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-30 (NanoDynamics, Inc.) mediante microscopía electrónica de barrido.....	230
1.4.3. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-80 (NanoDynamics, Inc.) mediante microscopía electrónica de barrido.....	231
1.4.4. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NP.40 (American Elements, Inc.) mediante microscopía electrónica de barrido. ....	232
1.4.5. Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NPC.40 (American Elements, Inc.) mediante microscopía electrónica de barrido. ....	233
1.4.6. Conclusiones parciales.....	235
1.5. Caracterización del comportamiento antibacteriano de los sistemas polipropileno-nanoplata. ....	235
1.5.1. Caracterización del comportamiento antibacteriano de los sistemas polipropileno-nanoplata S2-80 (NanoDynamics, Inc.) y polipropileno-nanoplata S2-30 (NanoDynamics, Inc.). ....	236
1.5.2. Caracterización del comportamiento antibacteriano de los sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NP.40 (American Elements, Inc.) y polipropileno-nanoplata AG-M-03-NPC.40 (American Elements, Inc.).....	238
1.5.3. Conclusiones parciales.....	241
1.6. Conclusiones extraídas del estudio preliminar de sistemas polipropileno-nanoplata.	242
<b>2. Optimización de sistemas polipropileno-nanoplata. ....</b>	<b>246</b>

2.1.	Estudio de propiedades térmicas de los sistemas polipropileno-nanoplata mediante calorimetría diferencial de barrido. ....	248
2.1.1.	Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-30 (NanoDynamics, Inc.) mediante calorimetría diferencial de barrido. ....	248
2.1.2.	Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NP.40 (American Elements, Inc.) mediante calorimetría diferencial de barrido. ....	251
2.1.3.	Conclusiones. ....	255
2.2.	Estudio del grado de dispersión de las nanopartículas de plata en la matriz de polipropileno mediante difracción de rayos X. ....	256
2.2.1.	Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-30 (NanoDynamics, Inc.) mediante difracción de rayos X. ....	256
2.2.2.	Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NP.40 (American Elements, Inc.) mediante difracción de rayos X. ....	260
2.2.3.	Conclusiones parciales. ....	264
2.3.	Estudio del grado de dispersión de las nanopartículas de plata en la matriz de polipropileno mediante microscopía electrónica de transmisión. ....	265
2.3.1.	Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-30 (NanoDynamics, Inc.) mediante microscopía electrónica de transmisión. ....	265
2.3.2.	Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NP.40 (American Elements, Inc.) mediante microscopía electrónica de transmisión. ....	271
2.3.3.	Conclusiones parciales. ....	277
2.4.	Estudio del grado de dispersión de las nanopartículas de plata en la matriz de polipropileno mediante microscopía electrónica de barrido. ....	278
2.4.1.	Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata S2-30 (NanoDynamics, Inc.) mediante microscopía electrónica de transmisión. ....	278
2.4.2.	Caracterización de sistemas polipropileno-nanoplata AG-M-03-NP.40 (American Elements, Inc.) mediante microscopía electrónica de transmisión. ....	281
2.4.3.	Conclusiones parciales. ....	284
2.5.	Caracterización del comportamiento antibacteriano de los sistemas PP-nanoplata. ....	284
2.5.1.	Conclusiones. ....	286
2.6.	Conclusiones extraídas del estudio de optimización de sistemas polipropileno-nanoplata. ....	287
<b>3.</b>	<b>Caracterización de fibras de polipropileno aditivado con nanopartículas de plata... 292</b>	
3.1.	Caracterización de propiedades físico-mecánicas de hilos polipropileno-nanoplata. ....	293
3.1.1.	Determinación de la masa lineal de hilos polipropileno-nanoplata. ....	293
3.1.2.	Estudio de propiedades mecánicas de hilos polipropileno-nanoplata. ....	295
3.1.2.1.	Estudio de propiedades mecánicas de hilos monocomponente polipropileno-nanoplata. ....	295
3.1.2.2.	Estudio de propiedades mecánicas de hilos bicomponente polipropileno-nanoplata. ....	303
3.1.2.3.	Conclusiones parciales. ....	304

3.2.	Estudio de propiedades térmicas de hilos polipropileno-nanoplata. ....	307
3.2.1.1.	Estudio de propiedades térmicas de hilos monocomponente polipropileno-nanoplata. ....	307
3.2.1.2.	Estudio de propiedades térmicas de hilos bicomponente polipropileno-nanoplata. ....	313
3.2.1.3.	Conclusiones parciales. ....	314
3.3.	Caracterización química de hilos polipropileno-nanoplata. ....	315
3.3.1.	Determinación del porcentaje total de plata en hilos polipropileno-nanoplata. ....	316
3.3.1.1.	Conclusiones parciales. ....	316
3.3.2.	Determinación de la cantidad de plata extraíble en hilos polipropileno-nanoplata. ....	317
3.3.2.1.	Conclusiones parciales. ....	317
3.4.	Estudio morfológico de hilos polipropileno-nanoplata. ....	318
3.4.1.1.	Conclusiones parciales. ....	328
3.5.	Caracterización del carácter bioactivo de hilos de polipropileno nanoplata. ....	329
3.5.1.	Determinación del grado de citotoxicidad de hilos de polipropileno-nanoplata. ....	329
3.5.1.1.	Conclusiones parciales. ....	334
3.5.2.	Determinación de propiedades antibacterianas de hilos polipropileno-nanoplata. ....	335
3.5.2.1.	Conclusiones parciales. ....	339
3.5.3.	Determinación de propiedades antifúngicas de hilos polipropileno-nanoplata. ....	340
3.5.3.1.	Conclusiones parciales. ....	347
3.6.	Conclusiones del estudio del proceso de hilatura por fusión de fibras de polipropileno aditivadas con nanopartículas de plata. ....	347
<b>4.</b>	<b>Estudio de viabilidad económica. ....</b>	<b>351</b>
4.1.	Evaluación económica del proceso de extrusión de fibras termoplásticas. ....	351
4.2.	Evaluación económica del proceso de mezclado por extrusión de polipropileno con plata nanométrica. ....	358
4.3.	Conclusiones del estudio de viabilidad económica del proyecto. ....	360
<b>V.</b>	<b>CONCLUSIONES. ....</b>	<b>363</b>
<b>VI.</b>	<b>LÍNEAS DE TRABAJO FUTURAS.....</b>	<b>371</b>
<b>VII.</b>	<b>REFERENCIAS.....</b>	<b>377</b>
<b>VIII.</b>	<b>APÉNDICES .....</b>	<b>387</b>
1.	Listado de Figuras .....	389
2.	Listado de tablas.....	395