



ELECTROSPINNING DE UNA POLIESTERAMIDA (PADAS)

Alfonso Rodríguez-Galán¹, Manuel Roa¹, Jordi Puiggalí¹, Cesar Sierra²

1.Dpto. Ing. Química. Universitat Politècnica de Catalunya, Avenida Diagonal 647, 08028 Barcelona

2.Escuela Química. Universidad Nacional de Colombia, Carrera 45 N° 26-85, Bogota D.C

<https://psep.upc.edu>

e-mail:manuel.fernando.roa@estudiant.upc.edu

Introducción

Los requisitos que deben cumplir los polímeros biodegradables están relacionados con sus aplicaciones. En todas ellas se necesitan unas determinadas propiedades específicas, un fácil procesado, un precio asequible y una biodegradabilidad tras cumplir su función prevista.

Las poliamidas son polímeros no biodegradables con propiedades mecánicas y térmicas adecuadas para su empleo como materiales y los poliésteres alifáticos son materiales biodegradables que frecuentemente carecen de estas propiedades. La estrategia de combinar las propiedades favorables de ambas familias es el motivo principal del reciente desarrollo de una nueva familia de polímeros: las poli(éster-amidas).

PADAS es una poliésteramida derivada de 1,12-dodecanodiol, L-alanina y ácido sebácico que, por su carácter biodegradable, puede ser empleada como biomaterial que soporte y favorezca el crecimiento celular.

El electrospinning es una técnica para producir fibras poliméricas con diámetros de entre 50-5.000 nanómetros empleando fuerzas electrostáticas. Mediante esta metodología se han elaborado micro y nanofibras de una gran variedad de polímeros como poliésteres, poliamidas, poliuretanos y otros. Sin embargo, se han publicado muy pocos trabajos sobre la elaboración de nanofibras de poliésteramidas.

El objetivo de este trabajo es elaborar micro/nano fibras de PADAS por electrospinning, y evaluar la influencia de los disolventes y otras variables en la forma y diámetro de las fibras.

En las tablas se recogen los parámetros utilizados en el equipo de electrospinning, los disolventes utilizados y un resumen de los resultados obtenidos. En general, los disolventes ácidos, los clorados o sus mezclas proporcionan fibras mezcladas con gotas.

Parámetro	Valores
Concentración de la disolución	0,5 – 10 % de PADAS
Flujo de alimentación	0,2 ; 0,5 y 1,0 (mL/hora)
Distancia aguja-colector	13, 16 y 26 (cm)
Campo eléctrico	10, 15, 20, 25 y 28 Kv
Diámetro de aguja	1,2 mm

Disolvente	Resultados
Cloroformo	Mezcla de fibras y gotas
Cloroformo + Dimetilformamida	Mayoritariamente gotas
Cloroformo + Ácido Acético	Mezcla de fibras y gotas
Dicloroacético	Mayoritariamente gotas
Hexafluoroisopropanol (HFIP)	Fibras de calidad
Hexafluoroisopropanol + Ácido Acético	Mezcla de fibras y gotas

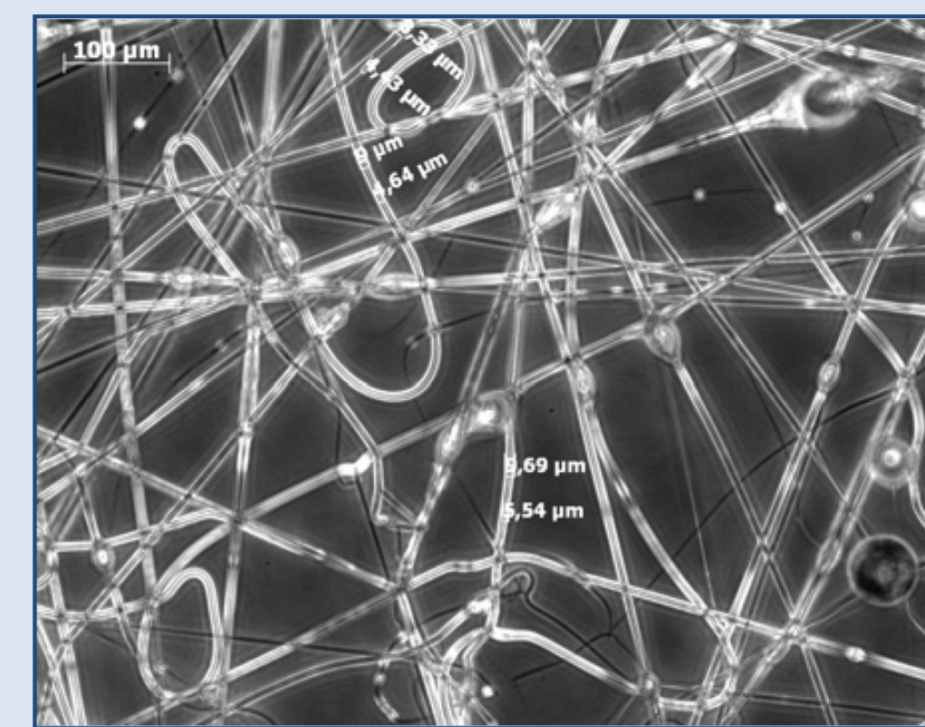


Imagen de microscopía óptica de fibras de PADAS obtenidas en CHCl₃. Conc: 8%, flujo 4 mL/h, 28 kV.

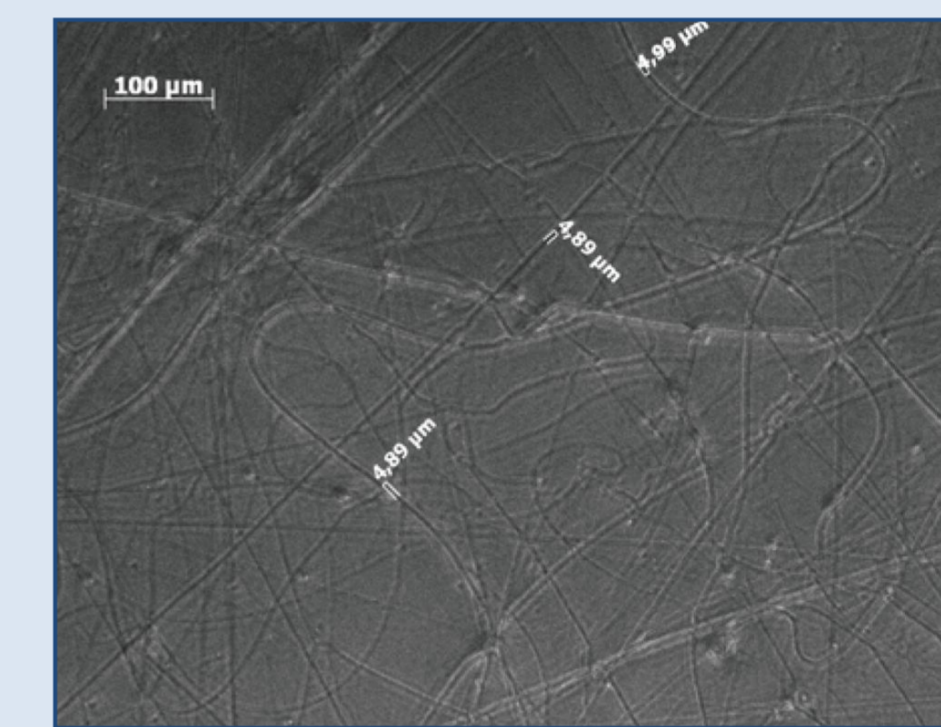


Imagen de microscopía óptica de fibras de PADAS obtenidas en CHCl₃/acético 10:90. Conc: 10%, flujo 0,2 mL/h, 28 kV.

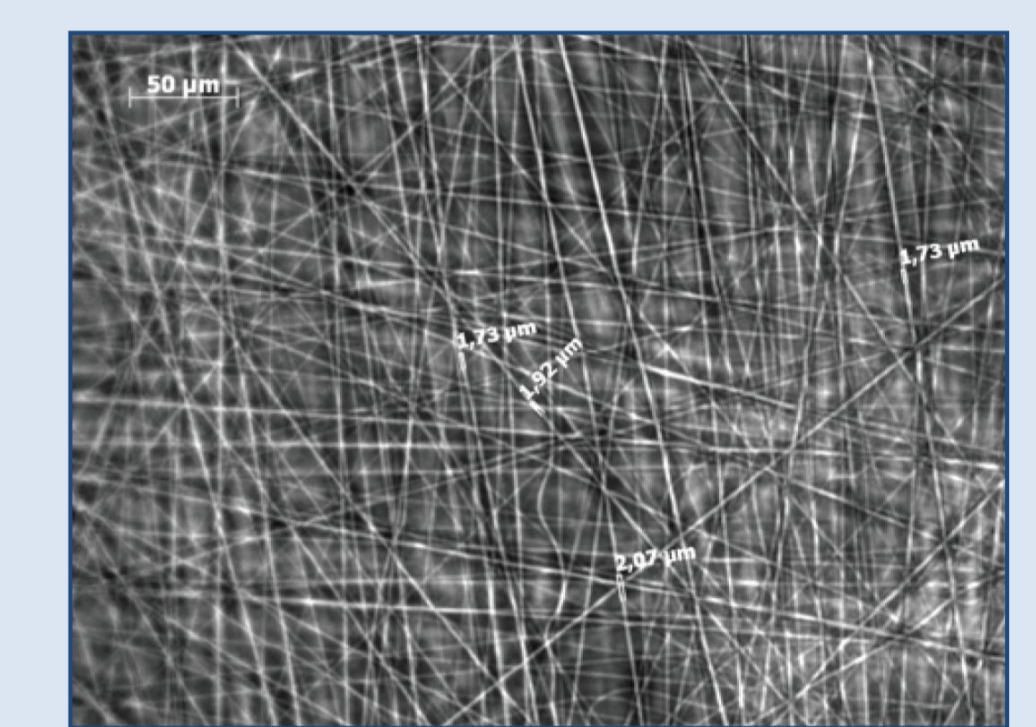
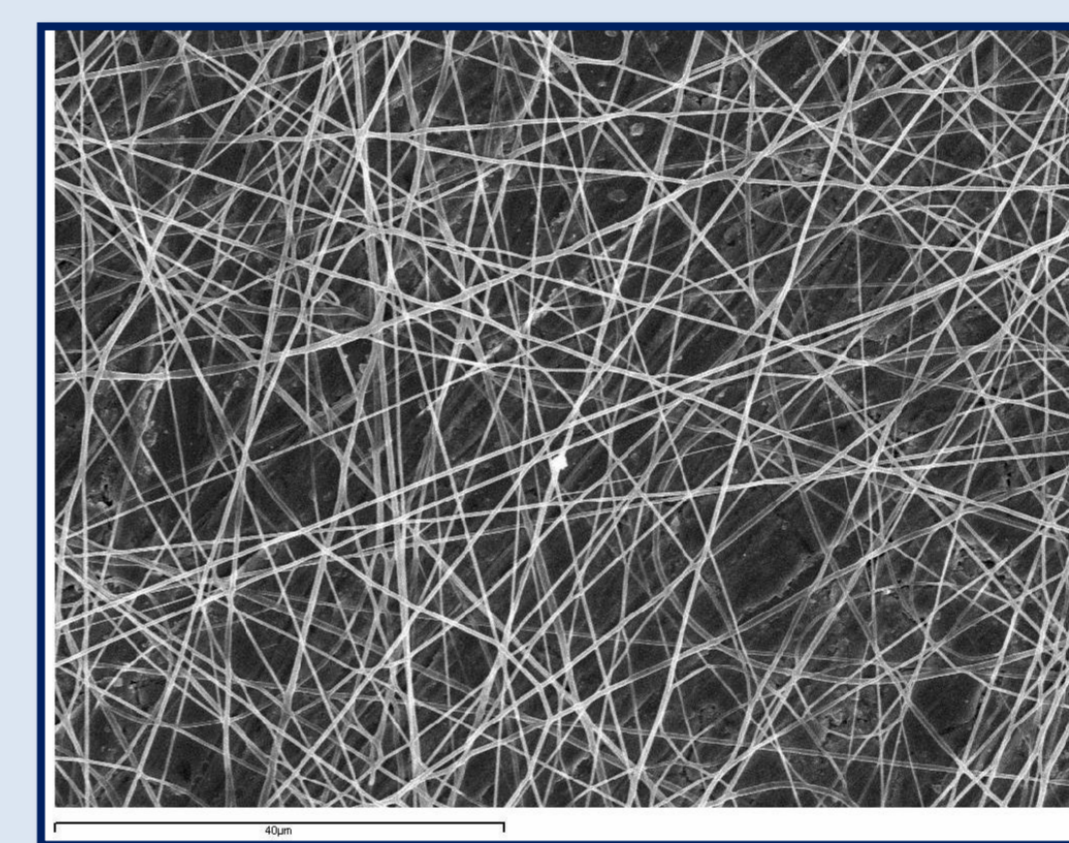
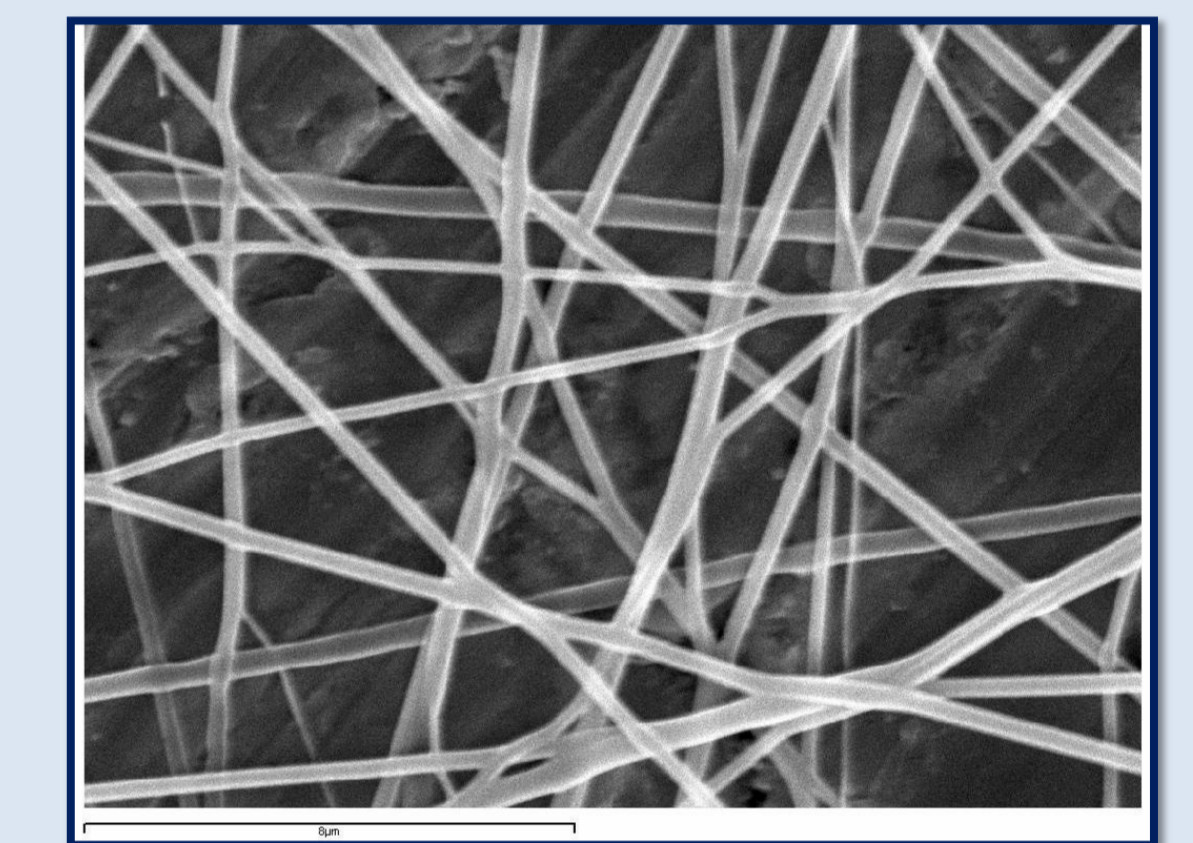


Imagen de microscopía óptica de fibras de PADAS obtenidas en CHCl₃/acético 50:50. Conc: 10%, flujo 0,2 mL/h, 25 kV.

Los mejores resultados se obtuvieron utilizando hexafluoroisopropanol (HFIP) ya que con este disolvente es factible obtener fibras de calidad en una amplia gama de concentraciones, flujos y campo eléctricos.

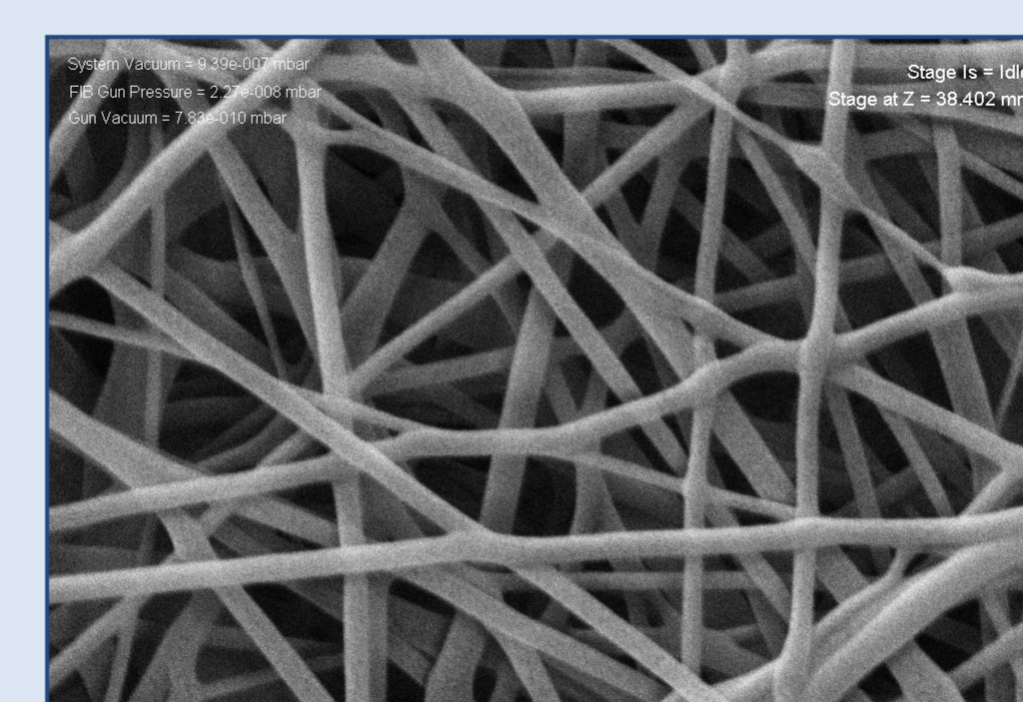


Imágenes de microscopía electrónica (SEM) de fibras de PADAS en HFIP. Conc: 10%, flujo 1 mL/h, 28 kV.

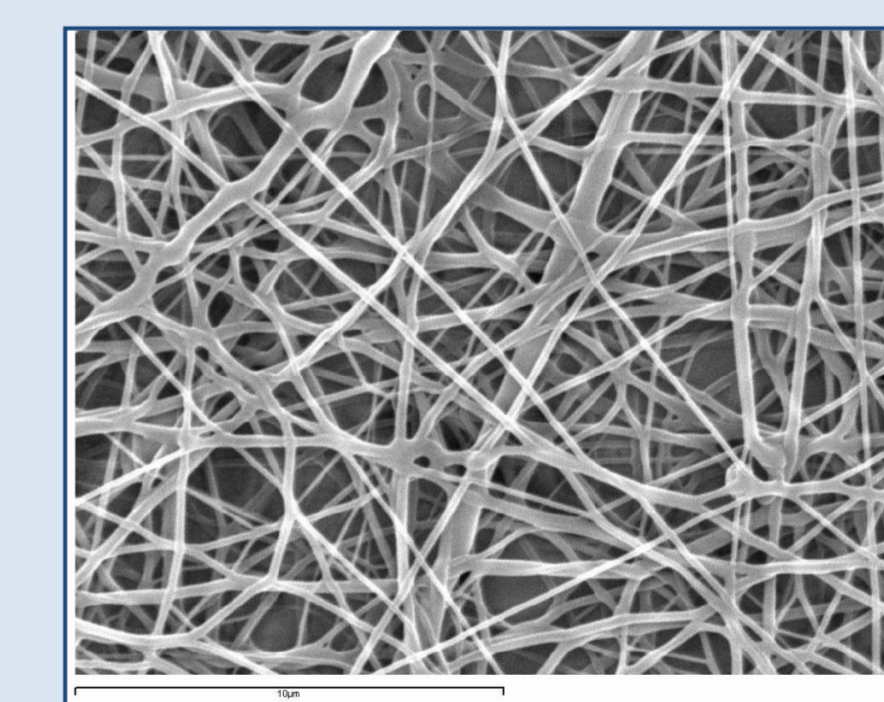


Detalle de la imagen de la izquierda mostrando la ausencia de gotas y la regularidad de las fibras obtenidas. Diámetro promedio 480 nm

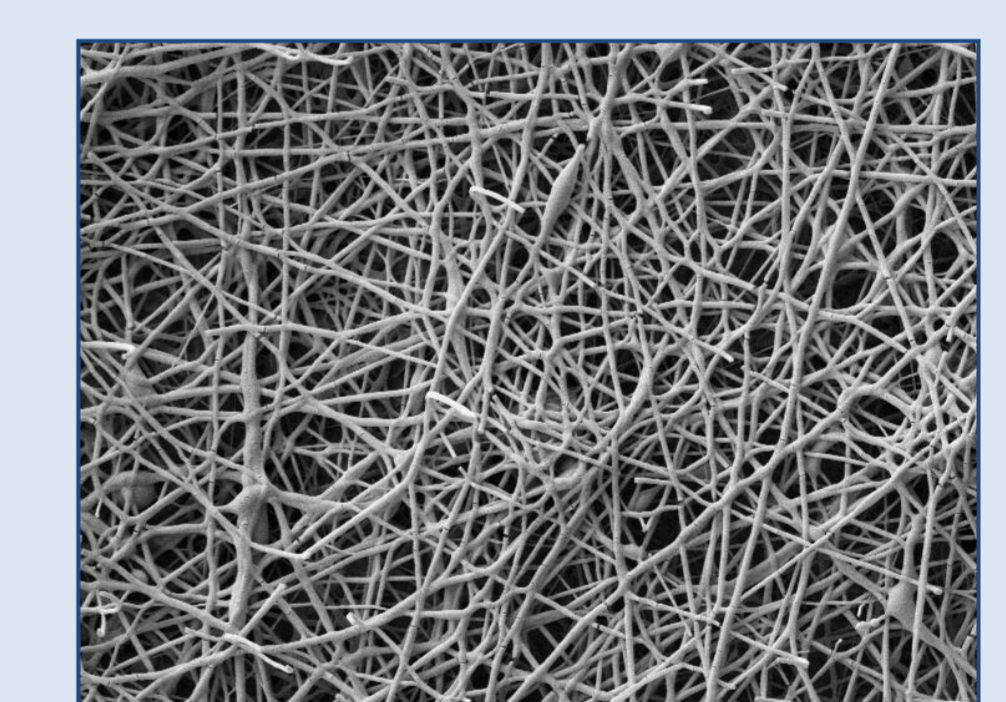
También se pueden obtener fibras de PADAS conteniendo sales y compuestos orgánicos (clorhexidina y diclofenaco). Las fibras de PADAS que contienen AgNO₃ muestran partículas de sal en su interior.



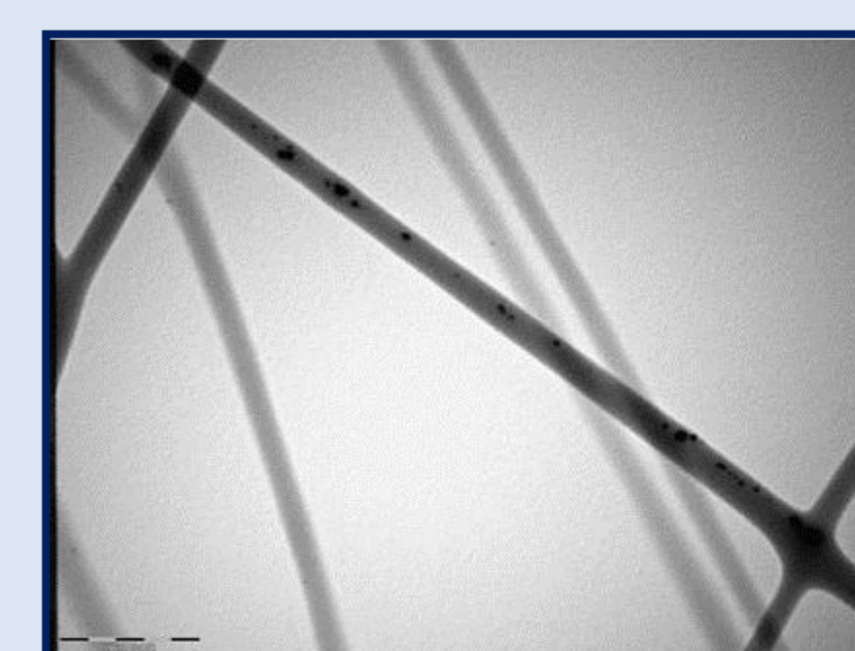
Imágenes de SEM de fibras de PADAS/HFIP con un 0,6 % de clorhexidina. Conc: 10 %, flujo 1 mL/h, 28 kV.



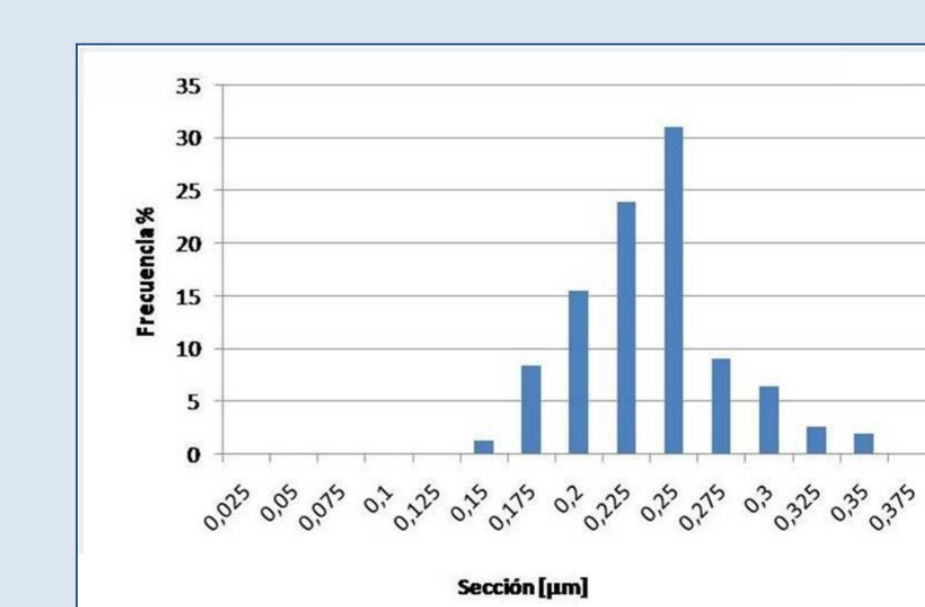
Imágenes de SEM de fibras de PADAS/HFIP con un 0,08 % de AgNO₃. Conc: 10 %, flujo 1 mL/h, 28 kV.



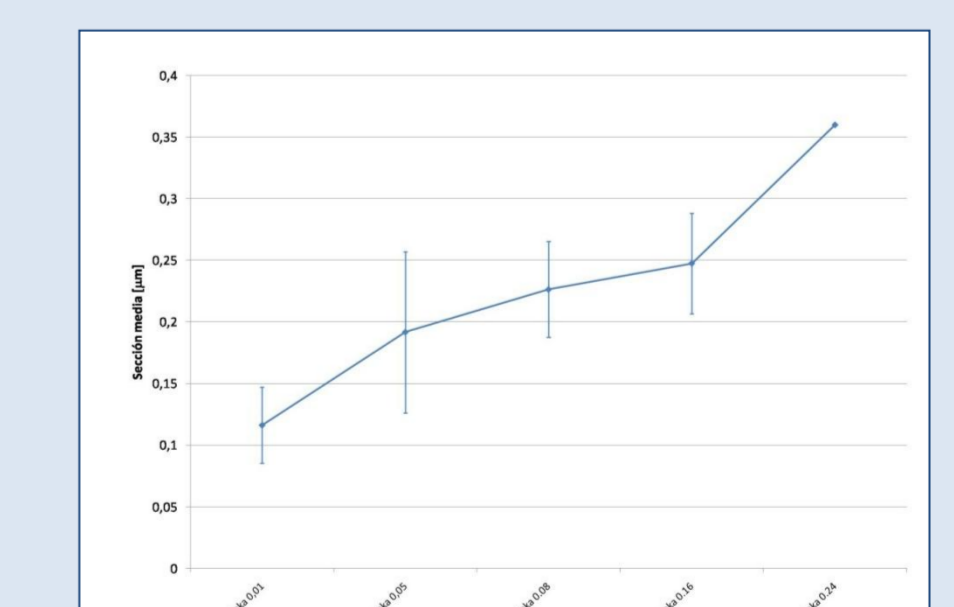
Imágenes de SEM de fibras de PADAS/HFIP con un 0,05 % de diclofenaco. Conc: 10 %, flujo 1 mL/h, 28 kV.



Imágenes de TEM de fibras de PADAS con un 0,08 % de AgNO₃. Se observan las partículas de sal.

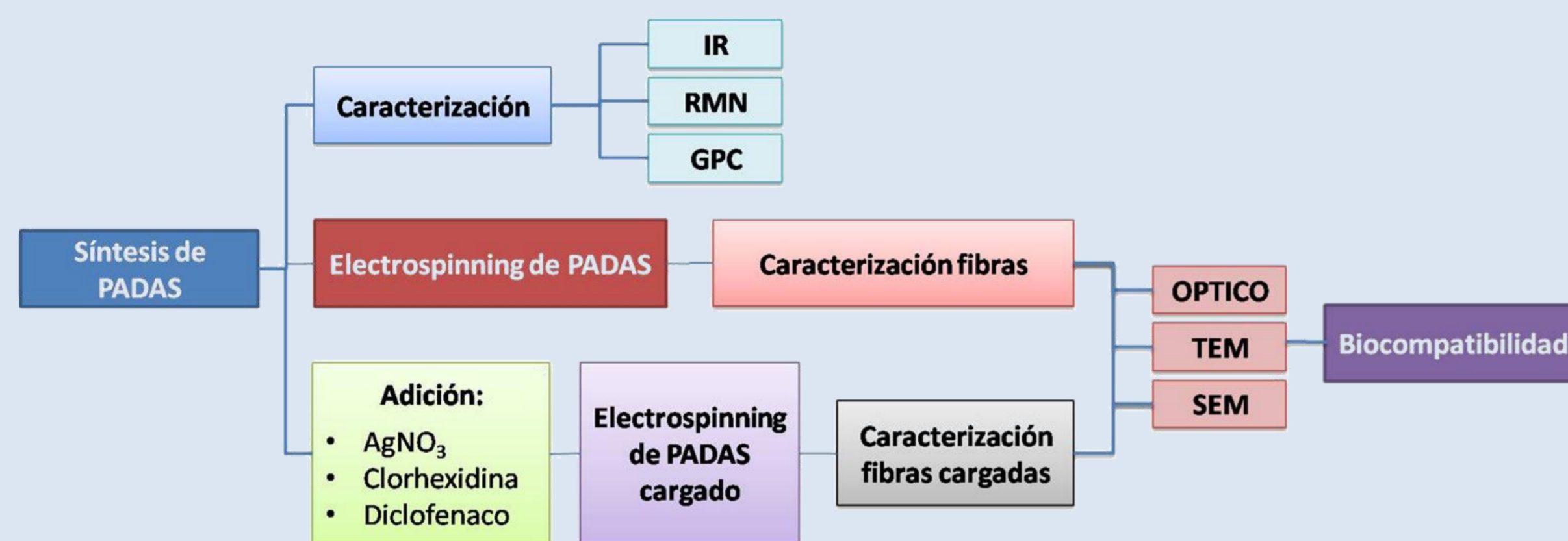


Distribución de tamaños en fibras de PADAS con un 0,08 % de AgNO₃

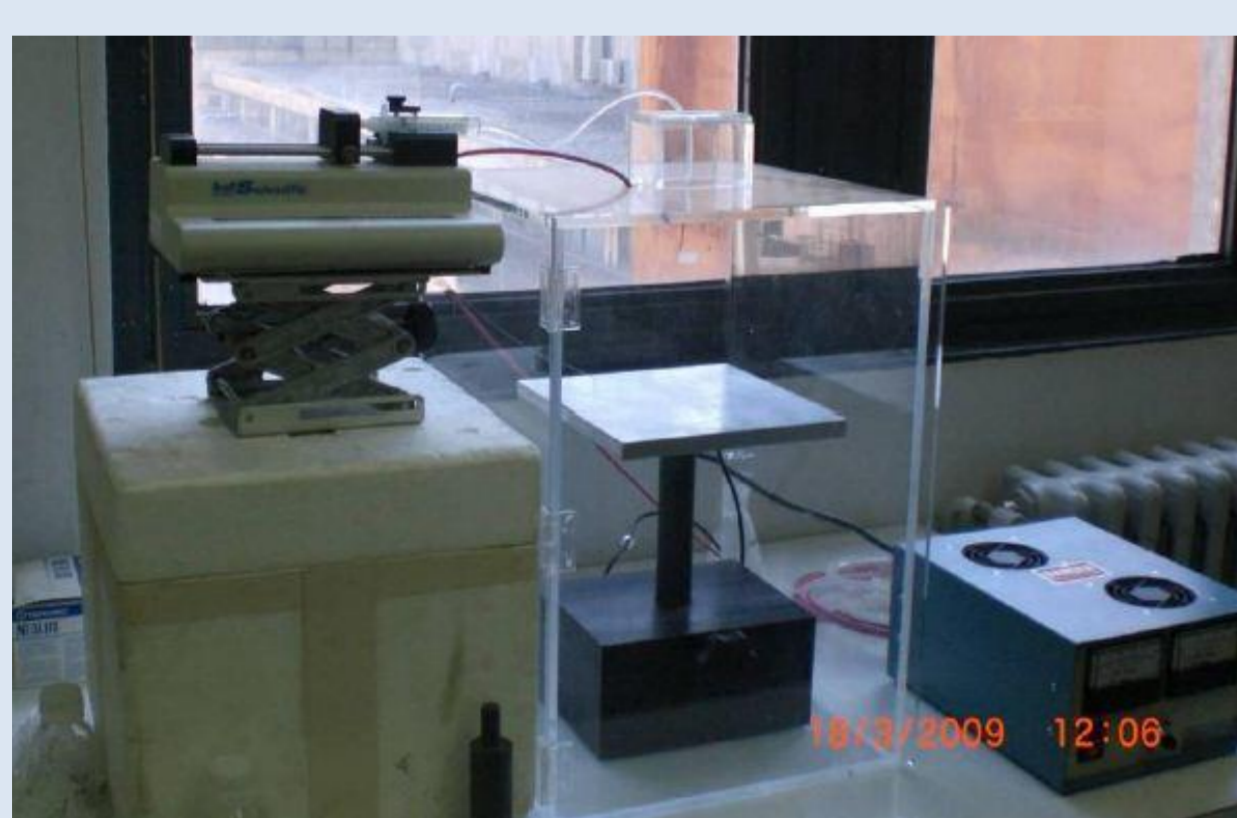


Variación de los diámetros de fibras de PADAS al aumentar las concentraciones de AgNO₃

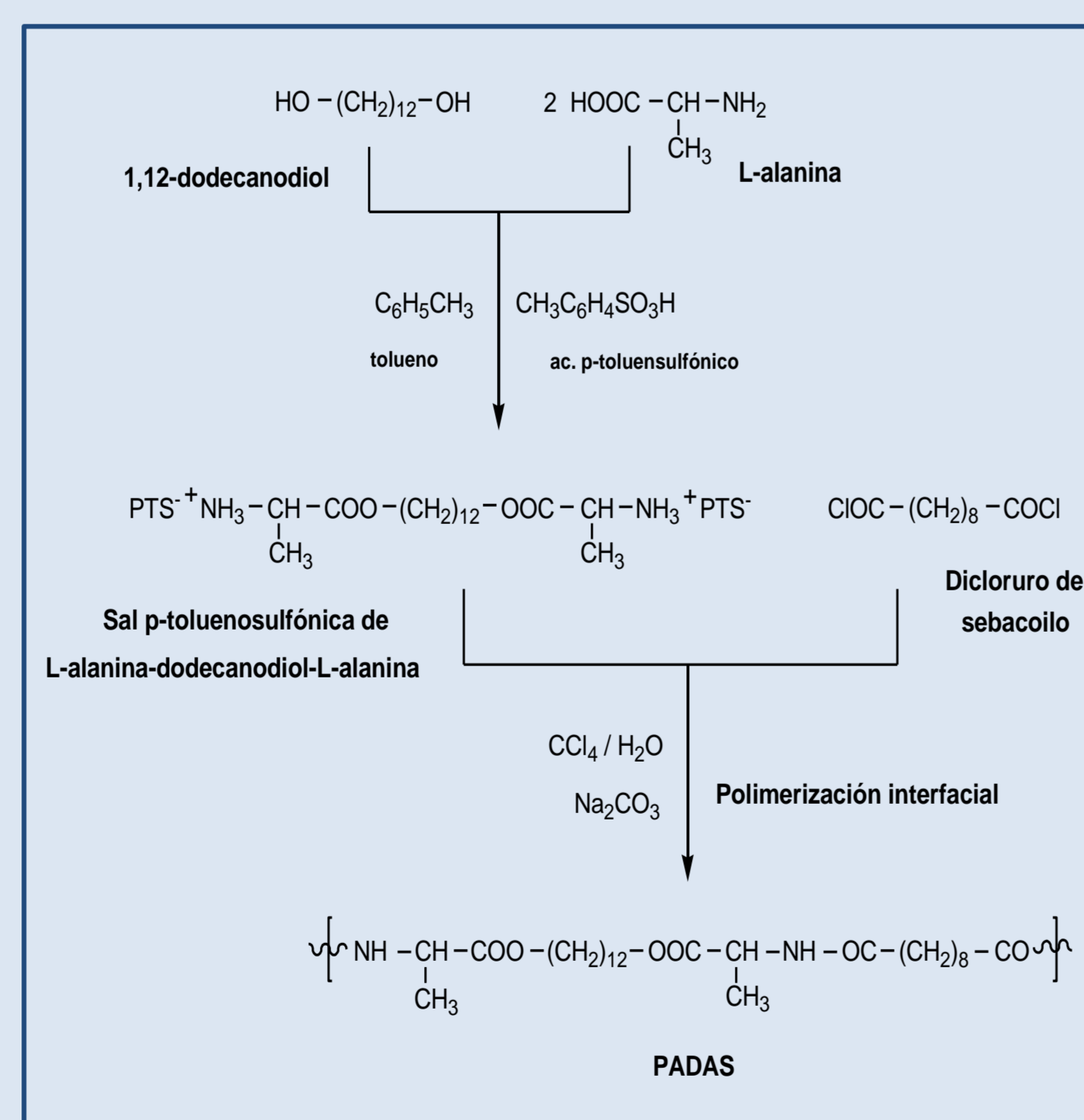
Metodología



Esquema general de la metodología seguida en este trabajo



Equipo de electrospinning utilizado



La preparación de la poliésteramida PADAS se realiza en dos etapas. En la primera se sintetizó un sesquiómero simétrico, ADA, que consta de una molécula de 1,12-dodecanodiol enlazada por uniones éster a dos moléculas de L-alanina con el grupo amino en forma de sal p-toluensulfónica.

La segunda etapa consiste en la policondensación en solución, de tipo interfacial con los reactivos disueltos en dos disolventes, agua y CCl₄, inmiscibles entre sí. La sal p-toluensulfónica del sesquiómero disuelta en agua junto con una base constituye la fase acuosa. La fase orgánica es la disolución formada por el dicloruro de sebacoilo en CCl₄.

PADAS (Mn: 7.000 y Mw: 17.000 gr/mol) es soluble en disolventes clorados y en otros típicos de poliamidas.

Resultados

Debido a la solubilidad de PADAS en varios disolventes, se llevaron a cabo experiencias de electrospinning con disoluciones de la PEA en diversos medios. Se estudió como influye en la calidad de las fibras, la variación de los siguientes parámetros: concentración de la disolución polimérica, flujo de alimentación, distancia aguja-colector, campo eléctrico y distintos tipos de agujas.

Conclusiones

Se pueden obtener nanofibras de la poliésteramida PADAS mediante electrospinning en varios disolventes, siendo el hexafluoroisopropanol el que permite obtener fibras regulares en varias condiciones. En HFIP también es factible la preparación de fibras de PADAS que contienen compuestos con actividad farmacológica en su interior.