

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE FIBRAS INTELIGENTES TRATADAS CON ZnO Y MICROCÁPSULAS DE ACEITES ESENCIALES: PARÁMETROS DE HILATURA Y EFECTO BACTERICIDA

Juan-Oswaldo Alvarez-Velasco*, Juan-Carlos Tapia-picazo, Daniel Alcalá-Sánchez, José de Jesús Serralta-Macías, Diana Lira-Berlanga

Tecnológico Nacional de México / Instituto Tecnológico de Aguascalientes, Av. Adolfo López Mateos #1801 Fracc. Bona Gens, C.P.20256, Aguascalientes, Ags. México. G24153082@aguascalientes.tecnm.mx

Resumen:

La investigación en textiles antibacteriales ha cobrado importancia debido a sus diversas aplicaciones en sectores como salud, el deporte, la industria alimentaria, el cuidado personal y el ámbito militar. Este proyecto tiene como objetivo la fabricación de una nueva fibra de grado textil con propiedades antibacteriales otorgadas por medio de la adición de nanomateriales dentro su matriz polimérica y la impregnación de microcápsulas de aceites esenciales sobre la superficie de estas para potenciar dicho efecto. Se utilizó un polímero a base de poliacrilonitrilo (PAN) como materia prima, reciclado de la industria textil, el cual fue procesado usando un método no convencional de hilatura en húmedo para la formación de fibras. Se utilizó un diseño de experimentos Taguchi para evaluar el efecto de once condiciones de operación como: concentraciones, velocidades y métodos de funcionalización, sobre las propiedades fisicoquímicas de las fibras. Los resultados de la evaluación microbiológica demostraron el efecto bactericida contra "*Escherichia Coli*", con halos de inhibición de hasta 25 mm, y un efecto que persistió después de múltiples lavados, además de mostrar propiedades mecánicas equiparables con fibras textiles convencionales. Los parámetros más influyentes en las fibras resultantes fueron la concentración del baño de coagulación y el porcentaje de fibra en la solución de hilatura. Se alcanzó una tenacidad de 5 grf/denier, 30% de elongación y la percepción de aroma hasta después de 10 lavados. Este estudio permite identificar parámetros operativos para diseñar nuevos procesos de fabricación de fibras inteligentes con efecto bactericidas y textiles funcionalizados.

Introducción. La fibra acrílica, compuesta por al menos un 85% de acrilonitrilo, ofrece propiedades deseables como alta voluminosidad, calidez similar a la lana, baja densidad y suavidad, lo que la convierte en una alternativa popular a las fibras naturales [1]. Para mejorar el desempeño de la fibra acrílica, se han empleado estrategias como la modificación química y la incorporación de aditivos funcionales durante la extrusión o en la superficie de la fibra, los cuales pueden incluir nanomateriales, recubrimientos antibacterianos o microcápsulas [2]. Los antimicrobianos basados en óxidos metálicos, en particular el óxido de zinc (ZnO), inhiben eficazmente el crecimiento microbiano y pueden proporcionar una protección duradera [3]. Sin embargo, se debe de garantizar una correcta fijación para

asegurar la seguridad del usuario al ser expuesto a este tipo de nanomateriales [4]. La integración de estos agentes en las fibras permite el desarrollo de materiales más seguros e innovadores para aplicaciones en salud, higiene y textiles [5].

Este estudio propone la fabricación de fibras funcionalizadas con nanopartículas de ZnO incorporadas en su interior mediante un método de hilatura en húmedo no convencional y empleando residuos acrílicos reciclados, con el objetivo principal de conferirles propiedades antimicrobianas. Además, utilizar microcápsulas de aceites esenciales como recubrimiento superficial ayuda a potenciar el efecto antimicrobiano, al mismo tiempo que otorgan a la fibra un aroma agradable [6]. Por medio de un diseño de experimentos, se logró determinar que

Los parámetros resultan de mayor importancia dentro de la fabricación de estos materiales, usando como respuestas sus propiedades mecánicas y su efecto bactericida, evaluándolo después de una serie de ciclos de lavado.

Parte experimental.

Materiales.

Fibra acrílica reciclada de una industria textil (Grupo Textil de Aguascalientes SA de CV) fue utilizada como se recibió, se utilizó n,n dimetilformamida (DMF) como solvente, agua desionizada como no solvente, microcápsulas de aroma desarrolladas en trabajos anteriores y partículas de ZnO sintetizadas previamente [7].

Obtención de fibras.

Se utilizó un sistema de hilatura en húmedo no convencional, Figura 1. Este se conforma por un baño de coagulación, en donde se sumerge una columna que contiene la solución de hilatura y a la salida se coloca una espina de 56 orificios circulares con un diámetro de 70 micras. Después de esta etapa de coagulación, se tienen tres baños de lavado y dos zonas de secado e impregnación de aroma.

La solución de hilatura se preparó disolviendo la fibra acrílica reciclada en DMF, usando agitación mecánica, a temperatura ambiente.

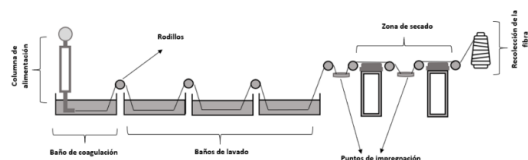


Figura 1. Sistema de hilatura en húmedo

Proceso de hilatura.

La solución de hilatura se vierte dentro de la columna y se presuriza, esta pasa al baño de coagulación, donde se solidifica y se estructuran los filamentos. Posteriormente, pasan a los diferentes baños de lavado para retirar el exceso de solvente mediante rodillos mecánicos, los cuales generan orientación molecular para mejorar propiedades mecánicas. Finalmente, la fibra se impregna con las microcápsulas en distintos puntos y pasa por las zonas de secado para retirar la humedad.

Se definió un diseño de experimento Taguchi L12 para evaluar 11 variables independientes a dos niveles cada una sobre las propiedades de las fibras, ver Tabla 1.

Tabla 1. Diseño de experimentos propuesto.

Variab	Nivel 1	Nivel 2
A H ₂ O/DMF Baño de coagulación	60/40	70/30
B % Nanopartículas de ZnO	2	5
C % Fibra	21	24
D Temperatura secado 1 (°C)	80	90
E Temperatura secado 2 (°C)	90	100
F Velocidad motor 1 (m/min)	0.8	1
G Velocidad motor 3 (m/min)	2	2.7
H Velocidad motor 5 (m/min)	6	7
I Presión (kg/cm ²)	0.75	1
J Pasos de secado 1 y 2	5	9
K Impregnaciones de microcápsulas	1	2

Pruebas de lavado.

Las fibras fueron sometidas a ciclos de lavado controlados, siguiendo la normativa AATCC 61 "Colorfastness to Laundering: Accelerated" modificada para este tipo de materiales.

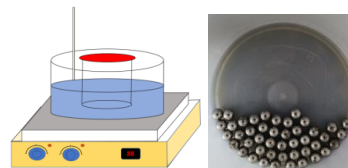


Figura 2. Arreglo para pruebas de lavado

En la Figura 2 se muestra el arreglo del método aplicado. Se utilizó un recipiente de plástico de 250 mL con 50 balines de metal de 1/4" para simular la fricción de una lavadora mediante agitación magnética y colisiones entre los balines. Cada ciclo de lavado duró 9 minutos, evaluándose la fibra cada 5 ciclos (45 minutos), con pruebas de 5, 10 y 15 ciclos. Tras el lavado, un panel de 5 miembros evaluó la intensidad del olor de las fibras, asignando un valor promedio según una escala de 1 a 4, donde 1 indica ausencia de olor y 4 olor intenso.

Pruebas microbiológicas

La actividad antibacteriana se evaluó por el método de difusión en agar (ISO 20645:2004; AATCC TM100-2019) usando *Escherichia coli* como bacteria de referencia. El método consistió en preparar medios de cultivo con agar nutritivo, sobre los cuales se colocaron las muestras a evaluar y se añadió una

solución de *Escherichia coli* diluida en 1 mL de agua destilada esterilizada. Las muestras se incubaron entre 35–37 °C durante 24 h para permitir el crecimiento bacteriano y su posterior evaluación.

Propiedades mecánicas.

Se evaluaron las propiedades mecánicas de las fibras obtenidas, en cuanto al denier, tenacidad y elongación, siguiendo la normativa ASTM D3822 para fibras textiles.

Microscopia electrónica de barrido (SEM).

Micrografías de muestras de fibras representativas se obtuvieron utilizando un microscopio electrónico de barrido Modelo FEI Quanta 250.

Resultados y discusión.

Con el diseño de experimentos se obtuvieron 12 fibras con diferentes condiciones y propiedades. Estas fueron evaluadas con distintas técnicas de caracterización, con el fin de conocer sus propiedades mecánicas, su actividad antimicrobiana y su resistencia a distintos tipos de lavado.

Propiedades mecánicas.

Los resultados obtenidos de las pruebas mecánicas se muestran en la Tabla 2. Se observa que las fibras tienen un denier en un rango de 1 a 3, el cual es comparable con los reportados en la literatura para las fibras de aplicaciones textiles, que están entre 1 y 5 denier [8]. Además, los valores de elongación y tenacidad también están dentro de los rangos establecidos, obteniendo una elongación máxima de 30% (Prueba 1) y una tenacidad de 5.0 grf/denier (Prueba 8), que es congruente con datos reportados por otros autores los cuales están alrededor de 20–35% para elongación y de 2.3 a 4.5 grf/denier para tenacidad [8].

Pruebas de lavado.

En la Tabla 3 se presentan los resultados de la evaluación de aroma de las fibras sin lavar, y lavadas en diferentes ciclos (5, 10, y 15) en la escala indicada con anterioridad. Se puede observar una clara tendencia de la disminución del aroma, con mayor intensidad, después de los primeros 5 ciclos de lavados, donde fibras con valores asignados cercanos a 3, disminuyen hasta casi un valor de 1 en la mayoría de casos, que es donde se pierde la mayor parte del

aroma. La disminución del nivel de aroma en las fibras se observa de manera moderada para 10 y 15 ciclos. Las fibras que tuvieron un aroma más notorio fueron las obtenidas con las pruebas 1 y 9, clasificadas con un olor intenso. Estas fueron además las que tuvieron un aroma más prolongado. Para los 15 ciclos de lavado el olor en todas las fibras fue prácticamente imperceptible.

Tabla 2. Propiedades mecánicas de fibras del diseño de experimentos

Prueba	Denier p/filamento	Elongación (%)	Tenacidad (grf/denier)
1	2.5	29.8	2.0
2	2.8	18.0	2.2
3	1.2	23.0	3.8
4	1.6	12.0	3.1
5	1.1	14.0	4.5
6	1.7	19.6	2.5
7	1.0	7.70	3.2
8	0.8	10.7	5.0
9	2.2	15.3	2.6
10	1.4	7.70	3.0
11	1.3	13.1	4.2
12	1.4	9.00	3.7

Tabla 3. Resultados de la evaluación de aroma de la fibra del diseño de experimentos y proceso de lavado

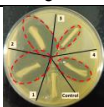
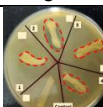
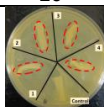
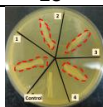
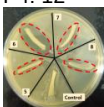
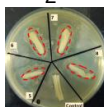
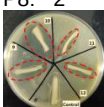
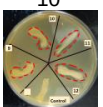
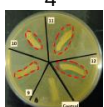
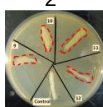
Prueba	Ciclos de lavado			
	0	5	10	15
1	3.5	2.2	1.2	1.0
2	2.8	2.0	1.3	1.0
3	3.0	1.3	1.0	1.0
4	1.7	1.6	1.5	1.0
5	1.6	1.5	1.3	1.0
6	2.8	1.2	1.0	1.0
7	2.0	1.3	1.2	1.0
8	2.8	1.2	1.1	1.0
9	3.1	2.2	1.4	1.0
10	2.9	1.2	1.4	1.0
11	2.2	1.4	1.2	1.0
12	2.5	2.1	2.0	1.0

Actividad antibacterial.

La evaluación microbiológica de las fibras, permitió confirmar el efecto antibacterial de los materiales. Se pudo observar una disminución de los halos de inhibición después de que las fibras se sometieran a los distintos ciclos de lavado, Tabla 4. En principio, esto puede deberse a la presencia de una mayor cantidad de microcápsulas de aromas provenientes de aceites esenciales en la fibra sin lavar, las cuales promueven y potencian el efecto antimicrobiano de las fibras y conforme se van llevando a cabo los lavados, estas se desprenden. Esto se coincide con los resultados de las pruebas organolépticas, ya que este aroma deja de

percibirse a medida que las fibras se someten a los lavados y la actividad antibacterial sigue estando presente, pero con un menor efecto visible.

Tabla 4. Pruebas antibacteriales de las fibras del diseño de experimento y proceso de lavado

Prueba	Ciclos de lavado			
	0	5	10	15
1-4				
	*P1: 19	2	3	2
	P2: 25	11	2	2
	P3: 7	2	2	2
5-8				
	P5: 9	2	2	4
	P6: 12	2	4	3
	P7: 5	2	3	2
9-12				
	P9: 13	2	2	2
	P10: 15	2	3	2
	P11: 5	4	8	2
Halo (mm)	P12: 6	5	8	2

*P, se refiere a la prueba con la que se obtuvieron las fibras en el diseño de experimentos

** Halos de inhibición

Análisis de varianza (ANOVA).

El ANOVA permitió identificar los factores de procesamiento que ejercieron un efecto estadísticamente significativo en cada respuesta, diferenciando entre aquellos que influyen principalmente en el desempeño mecánico de las fibras y los que contribuyen a mejorar sus propiedades antibacteriales. Este análisis fue fundamental para establecer las mejores condiciones de producción y validar la reproducibilidad de los resultados. La *F* de Fisher en el análisis de varianza (ANOVA) se define como la razón entre la varianza media atribuida a los factores de estudio y la varianza media del error experimental. Este estadístico permite determinar si las diferencias observadas entre tratamientos son estadísticamente significativas. En general, un valor de *F* superior a 2 indica que la variación debida al factor es mayor que la variación atribuida al error, confirma la significancia estadística del efecto del factor sobre la respuesta evaluada. Los resultados obtenidos de la *F* de Fisher obtenidos se resumen en la Tabla 5.

Como se observa, los factores de mayor importancia para el denier han sido la relación H₂O/DMF en el baño de coagulación, el porcentaje de fibra en la solución de hilatura y los pasos de secado. Estos factores influyen de manera decisiva en el denier porque la relación H₂O/DMF en el baño de coagulación controla la velocidad de solidificación y, por tanto, la compactación de la fibra; el porcentaje de fibra en la solución de hilatura determina la viscosidad y la cantidad de material disponible para formar el filamento; y los pasos de secado afectan la contracción final y la estabilidad dimensional. La elongación se ve fuertemente influida por estos factores porque la relación en el baño de coagulación controla la velocidad de solidificación y, por ende, la movilidad inicial de las cadenas poliméricas; el porcentaje de nanopartículas modifica la interacción matriz-refuerzo, pudiendo restringir o facilitar la deformación según su dispersión y contenido; y la velocidad de los motores determina la tensión aplicada durante el estirado, afectando directamente la orientación molecular.

En el caso de la elongación, está determinada por el porcentaje de fibra, que afecta la densidad de cadenas poliméricas y la cohesión interna; la temperatura de secado, que influye en la eliminación de solvente y en la orientación molecular durante la solidificación; y la presión, que regula la compactación y la uniformidad del filamento.

Tabla 5. Valores de *F* de Fisher del ANOVA en el diseño de experimentos

Variable	Denier	Elongación	Tenacidad	Halo de inhibición
A	15.20	244.00	6.36	98.45
B	7.60	76.94	---	9.82
C	36.02	20.90	8.36	61.36
D	2.60	---	---	33.00
E	9.50	14.95	13.86	69.82
F	---	---	2.12	---
G	---	57.41	---	---
H	2.10	84.11	3.30	53.45
I	9.50	---	8.37	46.09
J	3.80	10.28	5.18	17.45
K	---	10.84	3.84	---

--- Factores no significativos estadísticamente

La inhibición está determinada por el baño de coagulación, ya que regula la cinética de precipitación y el grado de interacción entre el polímero y el disolvente, afectando la

formación de núcleos y la homogeneidad de la fibra; y por el porcentaje de fibra, que define la concentración de cadenas poliméricas disponibles y, por ende, la densidad y continuidad del filamento.

Microscopía electrónica de barrido.

Con el fin de conocer más de cerca la morfología de las fibras obtenidas se utilizó microscopía electrónica de barrido. Esta técnica reveló la presencia de nanopartículas de ZnO, mientras que la espectroscopía de rayos X de dispersión de energía (EDS) confirmó su composición elemental. Las imágenes SEM también mostraron una distribución uniforme de las nanopartículas a lo largo de la sección longitudinal de la fibra como se muestra en la Figura 3.

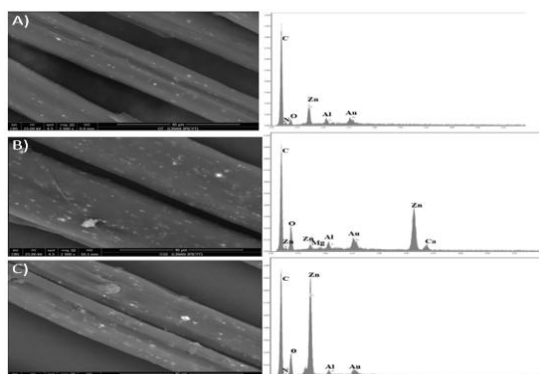


Figura 3. Imágenes SEM longitudinales de fibras representativas a 2500x: A) prueba 7, B) prueba 10 C) prueba 12

Discusión:

Los resultados obtenidos de estas pruebas, permitieron confirmar el efecto antibacterial de las fibras fabricadas, observando una clara tendencia de disminución de los halos de inhibición después de que la fibra se sometiera a los distintos ciclos de lavado. En principio, esto puede deberse a la presencia de una mayor cantidad de microcápsulas de aromas provenientes de aceites esenciales en la fibra sin lavar, las cuales promueven y potencian el efecto antimicrobiano de las fibras, y conforme se van llevando a cabo los lavados, estas se desprenden. Esto se comprueba con las pruebas organolépticas de aroma, ya que este aroma deja de percibirse a medida que estas fibras se someten a los lavados y la actividad antibacterial sigue estando presente, pero con un menor efecto visible.

Conclusiones.

Se fabricaron diferentes fibras acrílicas, utilizando distintas condiciones de hilado, concentración de ZnO, número de impregnaciones, presión y temperatura durante el proceso. Se empleó un proceso de hilado húmedo no convencional para producir las fibras acrílicas. Se desarrolló una fibra con propiedades antibacteriales usando materiales reciclados, la cual presentó un efecto significativo en la inhibición de *Escherichia Coli*, incluso después de varios lavados. Mediante el sistema de hilatura y el diseño de experimentos, se obtuvieron fibras funcionalizadas con efecto antibacteriano frente a *Escherichia coli*. Se identificaron los parámetros clave para controlar sus propiedades: para el halo de inhibición, los más importantes fueron la relación H₂O/DMF en el baño de coagulación y el porcentaje de fibra en la solución de hilatura; para las propiedades mecánicas, además de estos dos factores, también influyeron la velocidad del motor final y la temperatura de secado. Esto permitió determinar las mejores condiciones de procesamiento y las variables que tienen un impacto más significativo en la obtención de fibras con propiedades controladas.

Agradecimientos.

Proyecto TecNM M00-PR-03-R01 (23230) Convocatoria 2025: Proyectos de investigación científica, desarrollo tecnológico e innovación.

Proyecto TecNM-ITA Fomento a la investigación y desarrollo tecnológico 2025.

A la M.C. Ana Iris Peña Maldonado del Laboratorio nacional de investigaciones en nanociencias y nanotecnología (LINAN), IPICT.

A la SECIHTI a través del programa de becas nacionales de posgrado.

Referencias.

- [1] Sen, K.; Bahrami, S. H.; Bajaj, P. High-Performance Acrylic Fibers. J. Macromol. Sci., Part C: Polym. Rev. 1996, 36 (1), 1–76. <https://doi.org/10.1080/15321799608009642>
- [2] Jiang, S.; Lv, L.-P.; Landfester, K.; Crespy, D. Nanocontainers in and onto Nanofibers. Acc. Chem. Res. 2016, 49 (5), 816–823. <https://doi.org/10.1021/acs.accounts.5b00524>
- [3] Malis, D.; Jeršek, B.; Tomšič, B.; Štular, D.; Golja, B.; Kapun, G.; Simončič, B.

Antibacterial Activity and Biodegradation of Cellulose Fiber Blends with Incorporated ZnO Nanoparticles

- Materials 2019, 12 (20), 3399. <https://doi.org/10.3390/ma1220339>
- [4] Singh, S. Zinc Oxide Nanoparticles Impacts: Cytotoxicity, Genotoxicity, Developmental Toxicity, and Neurotoxicity. *Toxicol. Mech. Methods* 2019, 29 (4), 300–311. <https://doi.org/10.1080/15376516.2018.1553221>
- [5] Onyszek, M.; Markowska-Szczupak, A.; Rakoczy, R.; et al. The Cellulose Fibers Functionalized with Star-Like Zinc Oxide Nanoparticles with Boosted Antibacterial Performance for Hygienic Products. *Sci. Rep.* 2022, 12, 1321. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-05458-7>
- [6] Bal-Öztürk, A.; Özkahraman, B.; Özbaş, Z.; Yaşayan, G.; Tamahkar, E.; Alarçin, E. Advancements and Future Directions in the Antibacterial Wound Dressings – A Review. *J. Biomed. Mater. Res., Part B* 2020, 109 (5), 703–716. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.34736>
- [7] Herrera Larrasilla, T. E. Filamento de Polipropileno con Propiedades Antibacteriales Resistente a los Lavados; Universidad Autónoma de Baja California, Instituto de Ingeniería: Mexicali, Baja California, México, 2011. Disponible en: <https://hdl.handle.net/20.500.12930/1539>
- [8] Ahmad, S.; Ullah, T.; Ziauddin. Fibers for Technical Textiles. In *Fibers for Technical Textiles*; Ahmad, S., Rasheed, A., Nawab, Y., Eds.; Topics in Mining, Metallurgy and Materials Engineering; Springer: Cham, 2020; pp 21–47. https://doi.org/10.1007/978-3-030-49224-3_2