



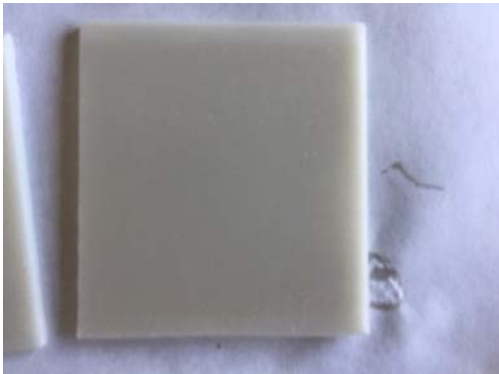
## **Técnicas de modificación de superficies mediante nanotecnología sobre materiales poliméricos, metálicos, madera, textiles y cerámicos - NANOSURF**




### **Paquete de trabajo 2 – DESARROLLO DE PROTOTIPOS BASADOS EN LOS CASOS DE ESTUDIO DEFINIDOS. CASO DE ESTUDIO CONVERGENTE.**


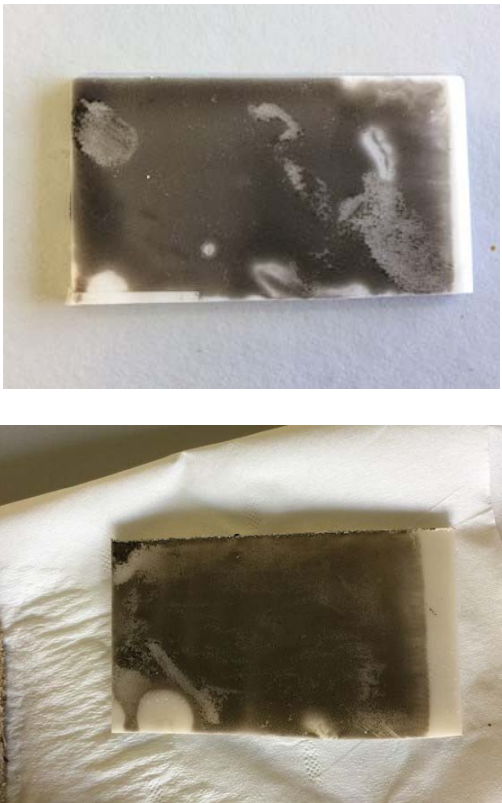
#### **ENTREGABLE 3: PROTOTIPO/S CONVERGENTE EN SUBSTRATOS POLIMÉRICOS**

<b>Programa:</b>	PROGRAMA DE PROYECTOS DE I+D EN COLABORACIÓN
<b>Expediente:</b>	IMDECA/2016/57
<b>Fecha:</b>	Diciembre 2016
<b>Ejecutado por:</b>	AIMPLAS

Se han preparado diversos prototipos con sustrato polimérico. En este entregable se presenta un documento gráfico con una selección de fotografías de los prototipos preparados.

<b>MATERIAL</b>	<b>FOTOGRAFÍA</b>
ABS + Cápsulas (SALVIA)	
ABS + Zeolitas (AgNO <sub>3</sub> )	
ABS + Zeolitas (CuO)	
PP + Nanofibras	

	
ABS + Nanofibras	
Biopoliéster + Nanofibras	
ABS + Sílica Fluorada	

	
<p>ABS + GO (óxido de grafeno)</p>	

## Técnicas de modificación de superficies mediante nanotecnología sobre materiales poliméricos, metálicos, madera, textiles y cerámicos - NANOSURF


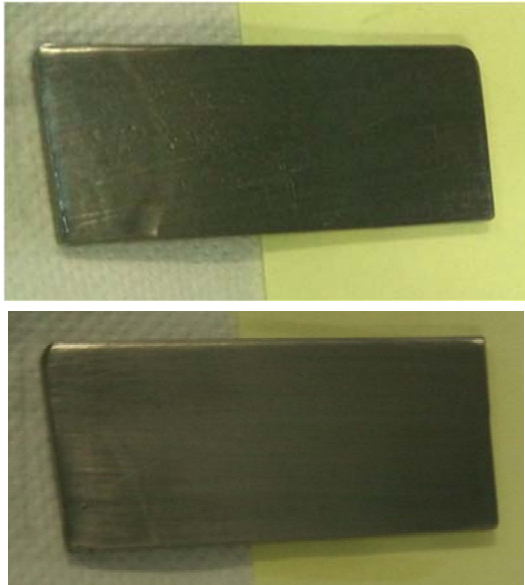
### Paquete de trabajo 2 – DESARROLLO DE PROTOTIPOS BASADOS EN LOS CASOS DE ESTUDIO DEFINIDOS. CASO DE ESTUDIO CONVERGENTE.




#### ENTREGABLE 4: PROTOTIPO/S CONVERGENTE EN SUBSTRATOS METAL.

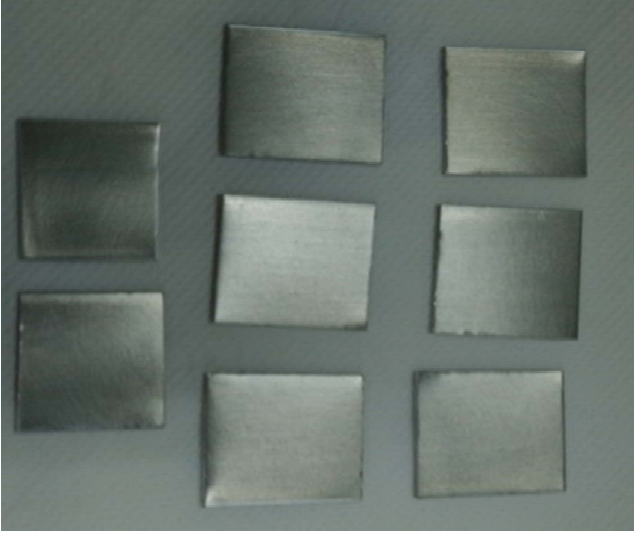


<b>Programa:</b>	PROGRAMA DE PROYECTOS DE I+D EN COLABORACIÓN
<b>Expediente:</b>	IMDECA/2016/57
<b>Fecha:</b>	Diciembre 2016
<b>Ejecutado por:</b>	AIDIMME

Se han preparado diversos prototipos con sustrato metal. En este entregable se presenta un documento gráfico con una selección de fotografías de los prototipos preparados.

### Antimicrobiano


Sustratos	Principios activos - Recubrimientos	Fotografías
<b>Acero 316 SS316</b>	Microcápsulas de salvia NS-Salvia Pincel y Spray	
	A1 y A2 Zeolitas Ag – Recubrimiento NS Pincel	




	<p>Nanovelos de Salvia_SS Electrohilatura</p>	
<b>Titanio</b>	<p>Microcápsulas de salvia NS1 Spray</p>	
	<p>Nanovelos de salvia Electrohilatura</p>	


	<p>Zeolitas D1 Cobre – Recubrimiento SGA Spray</p>	
<p><b>Aluminio 2024</b></p>	<p>Zeolitas B2 Plata - Recubrimiento SGA Spray</p>	
	<p>Nanozeolitas E1 Plata Recubrimiento SGA Spray</p>	

	<p>           Nanozeolitas E2            Cobre Recubrimiento            SGA            Spray         </p>	
--	---	--

### Antifouling

Sustratos	Principios activos - Recubrimientos	Fotografías
<p> <b>Acero 304</b>  <b>SS304</b> </p>	<p>           Óxido de grafeno - GO            Recubrimiento ENS            Spray         </p>	

	<p>Sílica fluorada - SF Recubrimiento SFINS Spray</p>	
<p><b>Acero 316 SS316</b></p>	<p>Óxido de grafeno - GO Recubrimiento ENS Pincel</p>	
<p><b>Acero al carbono (CS)</b></p>	<p>ENS Óxido de grafeno - GO Recubrimiento ENS Pincel</p>	

	<p>Sílica fluorada - SF Recubrimiento SFINS Spray</p>	
--	---	--

**Técnicas de modificación de superficies mediante nanotecnología sobre materiales poliméricos, metálicos, madera, textiles y cerámicos - NANOSURF**

**Paquete de trabajo 2 – DESARROLLO DE PROTOTIPOS BASADOS EN LOS CASOS DE ESTUDIO DEFINIDOS. CASO DE ESTUDIO CONVERGENTE.**

**ENTREGABLE 5: PROTOTIPO/S CONVERGENTE EN SUBSTRATOS CERÁMICOS Y VIDRIOS**

<b>Programa:</b>	PROGRAMA DE PROYECTOS DE I+D EN COLABORACIÓN
<b>Expediente:</b>	IMDECA/2016/57
<b>Fecha:</b>	Diciembre 2016
<b>Ejecutado por:</b>	ITC

## **Microcápsulas de salvia**

1. Ensayos para la selección de la composición de la matriz orgánica para la resina seleccionada.

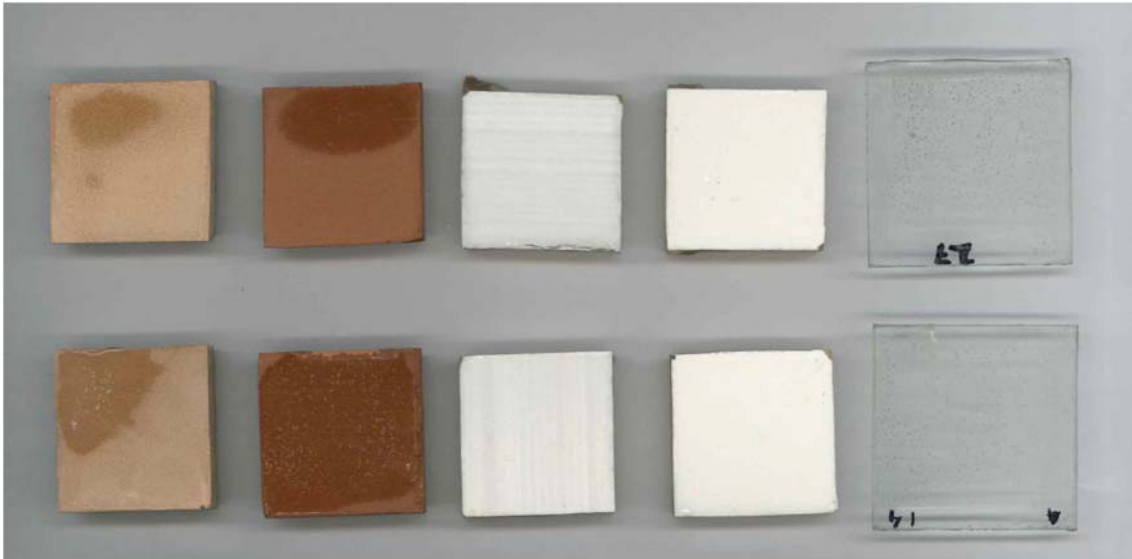
Mezcla	Resina (%)	Endurecedor (%)	Etanol (%)	Resultado
1	95	5	0	No polimeriza
2	90	10	0	No polimeriza
3	85	15	0	Contracción excesiva
4	87.5	12,5	0	Polimerización correcta. Muy viscoso.
5	78.8	11,2	10	Muy viscoso
6	70	10	20	Aceptable y viscosa
7	61.3	8.7	30	Aceptable y poco viscosa
8	52.5	7.5	40	Poco viscoso. Reacción exotérmica y rápida
9	65.5	9.5	25	Aceptable

2. Aplicación de la matriz orgánica (MEZCLA 4) sobre diferentes superficies. Efecto del vacío.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Tiempo vacío (min)	Resultado
10	Soporte de revestimiento pasta blanca	0	Espesor de capa excesivo. Falta de homogeneidad.
11	Soporte de revestimiento pasta roja	0	Espesor de capa excesivo. Falta de homogeneidad.
12	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	0	Espesor de capa excesivo. Burbujas
13	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	0	Espesor de capa excesivo. Burbujas
14	Vidrio	0	Espesor de capa excesivo. Burbujas
15	Soporte de revestimiento pasta blanca	5	Falta de homogeneidad.
16	Soporte de revestimiento pasta blanca	10	Falta de homogeneidad.
17	Soporte de revestimiento pasta blanca	15	Ligeramente heterogéneo.
18	Soporte de revestimiento pasta blanca	20	Ligeramente heterogéneo.
19	Soporte de revestimiento pasta roja	10	Falta de homogeneidad.
20	Soporte de revestimiento pasta roja	20	Ligeramente heterogéneo.
21	Soporte de revestimiento pasta roja	30	Ligeramente heterogéneo.
22	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	5	Burbujas
23	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	10	Aumentan las burbujas
24	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	5	Burbujas

25	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	10	Aumentan las burbujas
26	Vidrio	5	Burbujas
27	Vidrio	10	Aumentan las burbujas.

PROTOTIPOS OBTENIDOS.



3. Aplicación de la matriz orgánica (MEZCLA 6) sobre diferentes superficies. Efecto del vacío.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Tiempo vacío (min)	Resultado
28	Soporte de revestimiento pasta blanca	0	Espesor de capa excesivo
29	Soporte de revestimiento pasta roja	0	Espesor de capa excesivo
30	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	0	Burbujas.
31	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	0	Burbujas
32	Vidrio	0	Burbujas
33	Soporte de revestimiento pasta blanca	5	Falta de homogeneidad.
34	Soporte de revestimiento pasta blanca	10	Ligeramente heterogéneo.
35	Soporte de revestimiento pasta blanca	15	Homogéneo
36	Soporte de revestimiento pasta blanca	20	Homogéneo
37	Soporte de revestimiento pasta roja	10	Ligeramente heterogéneo.
38	Soporte de revestimiento pasta roja	20	Homogéneo.
39	Soporte de revestimiento pasta roja	30	Homogéneo.
40	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	5	Burbujas
41	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	10	Aumentan las burbujas
42	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	5	Burbujas
43	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	10	Aumentan las burbujas

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Tiempo vacío (min)	Resultado
44	Vidrio	5	Burbujas
45	Vidrio	10	Aumentan las burbujas.

4. Aplicación de la matriz orgánica (MEZCLA 7) sobre diferentes superficies. Efecto del vacío.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Tiempo vacío (min)	Resultado
46	Soporte de revestimiento pasta blanca	0	Aceptable
47	Soporte de revestimiento pasta roja	0	Aceptable
48	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	0	Aceptable. Falta de estirada
49	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	0	Aceptable. Falta de estirada
50	Vidrio	0	No estira.
51	Soporte de revestimiento pasta blanca	10	Aceptable.
52	Soporte de revestimiento pasta roja	10	Aceptable.
53	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	10	Aceptable. Falta de estirada.
54	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	10	Aceptable. Falta de estirada.
55	Vidrio	10	No estira.

5. Aplicación de la matriz orgánica (MEZCLA 9) sobre diferentes superficies. Efecto del vacío.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Tiempo vacío (min)	Resultado
56	Soporte de revestimiento pasta blanca	0	Aceptable
57	Soporte de revestimiento pasta roja	0	Aceptable
58	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	0	Aceptable. Pocas burbujas.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Tiempo vacío (min)	Resultado
59	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	0	Aceptable. Pocas burbujas
60	Vidrio	0	Aceptable. Algunas burbujas.
61	Soporte de revestimiento pasta blanca	10	Aceptable
62	Soporte de revestimiento pasta roja	10	Aceptable.
63	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	10	Aceptable. Pocas burbujas. No mejora.
64	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	10	Aceptable. Pocas burbujas. No mejora.
65	Vidrio	10	Aceptable. No mejora.

PROTOTIPOS OBTENIDOS.



6. Suspensión de 30g/l de SALVIA en la MEZCLA 4. Efecto del tiempo y de la velocidad de agitación. Observación de los resultados al cabo de 2 min.

Ensayo	Tiempo de agitación	Velocidad agitación	Resultado
66	10	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
67	20	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
68	30	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
69	45	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
70	60	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
71	10	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
72	20	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
73	30	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
74	45	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
75	60	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.

7. Suspensión de 30g/l de SALVIA en la MEZCLA 6. Efecto del tiempo y de la velocidad de agitación. Observación de los resultados al cabo de 2 min.

Ensayo	Tiempo de agitación	Velocidad agitación	Resultado
76	10	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
77	20	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
78	30	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
79	45	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
80	60	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
81	10	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
82	20	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
83	30	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
84	45	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
85	60	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.

8. Suspensión de 30g/l de SALVIA en la MEZCLA 9. Efecto del tiempo y de la velocidad de agitación. Observación de los resultados al cabo de 2 min.

Ensayo	Tiempo de agitación	Velocidad agitación	Resultado
76	10	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
77	20	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
78	30	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
79	45	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
80	60	BAJA (5 rpm)	Presencia de grumos
81	10	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
82	20	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
83	30	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
84	45	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.
85	60	ALTA (30 rpm)	Presencia de grumos y burbujas.

9. Aplicación de la suspensión 30g/l de SALVIA/MEZCLA 4 sobre diferentes superficies. Efecto del vacío.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Tiempo vacío (min)	Resultado
86	Soporte de revestimiento pasta blanca	0	Abundantes grumos
87	Soporte de revestimiento pasta roja	0	Abundantes grumos
88	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	0	Abundantes grumos
89	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	0	Abundantes grumos
90	Vidrio	0	Abundantes grumos
91	Soporte de revestimiento pasta blanca	20	Se reducen los grumos
92	Soporte de revestimiento pasta roja	30	Se reducen los grumos

10. Aplicación de la suspensión 30g/l de SALVIA/MEZCLA 6 sobre diferentes superficies. Efecto del vacío.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Tiempo vacío (min)	Resultado
93	Soporte de revestimiento pasta blanca	0	Abundantes grumos
94	Soporte de revestimiento pasta roja	0	Abundantes grumos
95	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	0	Abundantes grumos
96	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	0	Abundantes grumos
97	Vidrio	0	Abundantes grumos
98	Soporte de revestimiento pasta blanca	20	Se reducen ligeramente los grumos
99	Soporte de revestimiento pasta roja	30	Se reducen ligeramente los grumos

11. Aplicación de la suspensión 30g/l de SALVIA/MEZCLA 9 sobre diferentes superficies. Efecto del vacío.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Tiempo vacío (min)	Resultado
100	Soporte de revestimiento pasta blanca	0	Grumos grandes y abundantes
101	Soporte de revestimiento pasta roja	0	Grumos grandes y abundantes
102	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	0	Grumos grandes y abundantes
103	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	0	Grumos grandes y abundantes
104	Vidrio	0	Grumos grandes y abundantes
105	Soporte de revestimiento pasta blanca	20	Grumos grandes y abundantes
106	Soporte de revestimiento pasta roja	30	Grumos grandes y abundantes

PROTOTIPOS OBTENIDOS.



12. Aplicación de la suspensión 8g/l de SALVIA - 4g/l PVB (50ml etanol, 0.2g PVB, 0.4g salvia) sobre diferentes superficies. Método aplicación: aerografía. Efecto de la temperatura del sustrato.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Temperatura sustrato (°C)	Resultado
107	Soporte de revestimiento pasta blanca	Ambiente	Capa homogénea con pequeños grumos. Buen anclaje.
108	Soporte de revestimiento pasta roja	Ambiente	Capa homogénea con pequeños grumos. Buen anclaje.
109	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	Ambiente	Acumulación de la capa en los bordes. Falta de anclaje.
110	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	Ambiente	Acumulación de la capa en los bordes. Falta de anclaje.
111	Vidrio	Ambiente	Capa heterogénea y falta de anclaje.
112	Soporte de revestimiento pasta blanca	100	Capa homogénea con menos grumos. Buen anclaje.
113	Soporte de revestimiento pasta roja	100	Capa homogénea con menos grumos. Buen anclaje.
114	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	100	Falta de anclaje.
115	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	100	Falta de anclaje.
116	Vidrio	100	Capa heterogénea y falta de anclaje.

## PROTOTIPOS OBTENIDOS.



13. Aplicación de la suspensión 8g/l de SALVIA - 8g/l PVB (50ml etanol, 0.4g PVB, 0.4g salvia) sobre diferentes superficies. Método aplicación: aerografía. Efecto de la temperatura del sustrato.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Temperatura sustrato (°C)	Resultado
117	Soporte de revestimiento pasta blanca	Ambiente	Capa homogénea con pequeños grumos. Buen anclaje.
118	Soporte de revestimiento pasta roja	Ambiente	Capa homogénea con pequeños grumos. Buen anclaje.
119	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	Ambiente	Acumulación de la capa en los bordes. Mejora el anclaje.
120	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	Ambiente	Acumulación de la capa en los bordes. Mejora el anclaje.
121	Vidrio	Ambiente	Capa heterogénea. Mejora el anclaje.
122	Soporte de revestimiento pasta blanca	100	Capa homogénea con pequeños grumos. Buen anclaje.
123	Soporte de revestimiento pasta roja	100	Capa homogénea con pequeños grumos. Buen anclaje.
124	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	100	Buen anclaje. Pequeños grumos.
125	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	100	Buen anclaje. Pequeños grumos.
126	Vidrio	100	Capa heterogénea. Buen anclaje.

PROTOTIPOS OBTENIDOS.



14. Aplicación de la suspensión 8g/l de SALVIA - 8g/l PVB (50ml etanol, 0.4g PVB, 0.4g salvia) sobre diferentes superficies a 100°C. Método aplicación: aerografía. Efecto de la adición de dispersante (DISPERTEC).

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Dispersante (gotas)	Resultado
127	Soporte de revestimiento pasta blanca	10	Capa homogénea con menos grumos. Buen anclaje.
128	Soporte de revestimiento pasta roja	10	Capa homogénea con menos grumos. Buen anclaje.
129	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	10	Mejora el anclaje. Pocos grumos.
130	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	10	Mejora el anclaje. Pocos grumos.
131	Vidrio	10	Se ven aguas. Mejora el anclaje.
132	Soporte de revestimiento pasta blanca	20	Capa homogénea prácticamente sin grumos. Buen anclaje.
133	Soporte de revestimiento pasta roja	20	Capa homogénea prácticamente sin grumos. Buen anclaje.
134	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	20	Buen anclaje. Prácticamente sin grumos. Se ven aguas.
135	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	20	Buen anclaje. Prácticamente sin grumos. Se ven aguas.
136	Vidrio	20	Capa heterogénea. Buen anclaje.

**PROTOTIPOS OBTENIDOS.**



15. Aplicación de la suspensión 4g/l de SALVIA - 8g/l PVB – 10 gotas de dispersante (50ml etanol, 0.4g PVB, 0.2g salvia, 10 gotas DISPERTEC) sobre diferentes superficies a 100°C. Método aplicación: aerografía. Efecto de la cantidad de capa depositada.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	nº capas	Resultado
137	Soporte de revestimiento pasta blanca	1	Capa ok: buen anclaje y sin grumos.
138	Soporte de revestimiento pasta roja	1	Capa ok: buen anclaje y sin grumos.
139	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	1	Capa ok: buen anclaje y sin grumos.
140	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	1	Capa ok: buen anclaje y sin grumos.
141	Vidrio	1	Buen anclaje y sin grumos. Aplicación heterogénea.
142	Soporte de revestimiento pasta blanca	2	Buen anclaje y sin grumos.
143	Soporte de revestimiento pasta roja	2	Buen anclaje y sin grumos.
144	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	2	Buen anclaje y sin grumos.
145	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	2	Buen anclaje y sin grumos.
146	Vidrio	2	Capa ok: buen anclaje y sin grumos. Aplicación homogénea.

## PROTOTIPOS OBTENIDOS.



16. Aplicación de la suspensión 8g/l de SALVIA/MEZCLA 9 sobre diferentes superficies. Método de preparación: dispersión de salvia en etanol, con dispertec (equivalente a 10 gotas), + mezcla 9. Aplicación por dip coating. Efecto del vacío.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Tiempo vacío (min)	Resultado
147	Soporte de revestimiento pasta blanca	0	Pequeños grumos
148	Soporte de revestimiento pasta roja	0	Pequeños grumos
149	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	0	Pequeños grumos
150	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	0	Pequeños grumos
151	Vidrio	0	Pequeños grumos
<b>152</b>	<b>Soporte de revestimiento pasta blanca</b>	<b>20</b>	<b>Capa ok. No se ven grumos.</b>
<b>153</b>	<b>Soporte de revestimiento pasta roja</b>	<b>30</b>	<b>Capa ok. No se ven grumos.</b>

PROTOTIPOS OBTENIDOS.



17. Aplicación de la suspensión 8g/l de SALVIA/MEZCLA 9 sobre diferentes superficies. Método de preparación: dispersión de salvia en etanol, con dispertec (equivalente a 10 gotas), + mezcla 9. Aplicación por dip coating. Sin vacío. Efecto de la temperatura del sustrato.

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Temperatura del sustrato (°C)	Resultado
154	Soporte de revestimiento pasta blanca	100	Capa ok. No se ven grumos.
155	Soporte de revestimiento pasta roja	100	Capa ok. No se ven grumos.
156	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	100	No mejora.
157	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	100	No mejora.
158	Vidrio	100	No mejora.

PROTOTIPOS OBTENIDOS.



## ZEOLITAS

### Piezas con recubrimiento de zeolitas aplicadas a patín secadas

ZA1



ZA2



ZB1



ZB2



ZC1



ZC2



ZD1



ZE1



ZE2



ZF1



ZF2



ZG1



ZG2



Piezas con recubrimiento de zeolitas aplicadas a patín cocidas

Referencia



ZA1



ZA2



ZB2



ZC1



ZF1

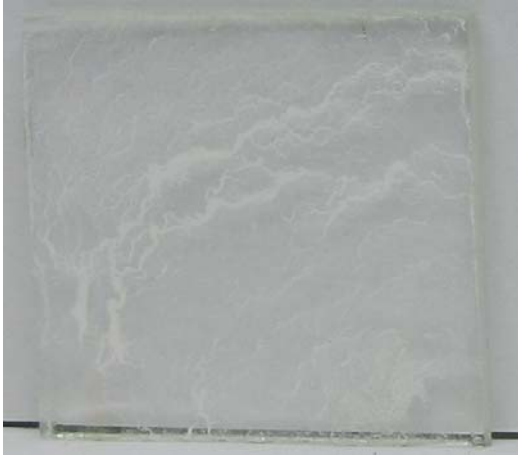


ZF2



Piezas de vidrio con recubrimiento de la zeolita za1 aplicadas por pulverización

Tras el secado



Tras el secado y la cocción



## **GRAFENO**

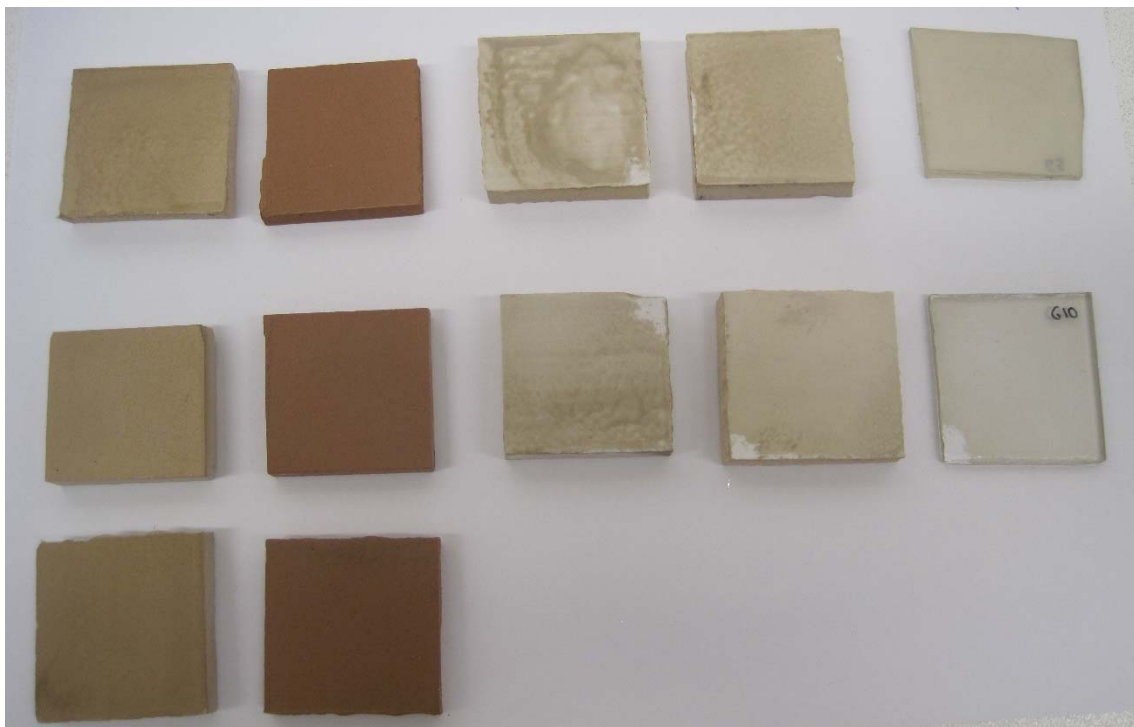
18. Aplicación 10ml suspensión grafeno (4mg/ml) - 8g/l PVB (50ml etanol, 0.4g PVB). Método aplicación: aerografía. Efecto de la temperatura del sustrato

<b>Ensayo</b>	<b>Superficie sobre la que se aplica</b>	<b>Temperatura del sustrato (°C)</b>	<b>Resultado</b>
G1	Soporte de revestimiento pasta blanca	Ambiente	Heterogénea
G2	Soporte de revestimiento pasta roja	Ambiente	Buen aspecto.
G3	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	Ambiente	Heterogénea. Falta anclaje.
G4	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	Ambiente	Heterogénea. Falta anclaje.
G5	Vidrio	Ambiente	Heterogénea. Falta anclaje.
G6	Soporte de revestimiento pasta blanca	100	Buen aspecto.
G7	Soporte de revestimiento pasta roja	100	Buen aspecto.
G8	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado brillo.	100	Heterogénea. Falta anclaje.
G9	Esmalte de revestimiento pasta blanca. Acabado mate.	100	Buen aspecto. Falta anclaje.
G10	Vidrio	100	Buen aspecto. Falta anclaje.

19. Aplicación 10ml suspensión grafeno (4mg/ml) - 8g/l PVB (50ml etanol, 0.4g PVB). Método aplicación: aerografía. Temperatura del sustrato 100°C. Efecto del gramaje

Ensayo	Superficie sobre la que se aplica	Gramaje	Resultado
G11	Soporte de revestimiento pasta blanca	Doble	Buen aspecto.
G12	Soporte de revestimiento pasta roja	Doble	Buen aspecto.

PROTOTIPOS OBTENIDOS.



## **SILICA FLUORADA**

### PROTOTIPOS OBTENIDOS



## **Técnicas de modificación de superficies mediante nanotecnología sobre materiales poliméricos, metálicos, madera, textiles y cerámicos - NANOSURF**




### **Paquete de trabajo 2 – DESARROLLO DE PROTOTIPOS BASADOS EN LOS CASOS DE ESTUDIO DEFINIDOS. CASO DE ESTUDIO CONVERGENTE.**

#### **ENTREGABLE 6: PROTOTIPO/S CONVERGENTE EN SUBSTRATOS MADERA.**



<b>Programa:</b>	PROGRAMA DE PROYECTOS DE I+D EN COLABORACIÓN
<b>Expediente:</b>	IMDECA/2016/57
<b>Fecha:</b>	Diciembre 2016
<b>Ejecutado por:</b>	AIDIMME



Se han preparado diversos prototipos con substrato madera. En este entregable se presenta un documento gráfico con una selección de fotografías de los prototipos preparados.




### BLANCOS

Referencia	Descripción	Fotografía
<b>B MDF-1</b>	Blanco tablero MDF barnizado	
<b>BH-2</b>	Blanco tablero haya barnizado	
<b>B MEL-2</b>	Blanco tablero revestido melamina barnizado	




### ANTIMICROBIANO

Referencia	Descripción	Fotografía
<b>SALMDF-2</b>	Muestra tablero MDF barnizado aditivado microcapsulas de salvia (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>SALH-2</b>	Muestra tablero haya barnizado aditivado microcapsulas de salvia (15 g/L) y 1% de dispersante	





<b>SALMEL-2</b>	Muestra tablero de partículas revestido melamina barnizado aditivado microcapsulas de salvia (15 g/L) y 1% de dispersante	
Observaciones: <i>La dispersión de las microcapsulas de salvia sigue siendo insuficiente, apareciendo aglomerados de gran tamaño así como un acabado rugoso en toda la superficie (ver fotografía de detalle)</i>		


Referencia	Descripción	Fotografía
<b>ZEA1MDF-1</b>	Muestra tablero MDF barnizado aditivado con zeolitas A1 (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>ZEA1H-1</b>	Muestra tablero haya barnizado aditivado con zeolitas A1 (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>ZEA1MEL-1</b>	Muestra tablero de partículas revestido de melamina barnizado con zeolitas A1 (15 g/L) y 1% de dispersante	
Observaciones: <i>La dispersión de las zeolitas A1 es deficiente, apareciendo partículas blancas de zeolita A1 y aglomerado en toda la superficie.</i>		



Referencia	Descripción	Fotografía
------------	-------------	------------

<b>ZEA2MDF-1</b>	Muestra tablero MDF barnizado aditivado con zeolitas A2 (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>ZEA2H-1</b>	Muestra tablero haya barnizado aditivado con zeolitas A2 (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>ZEA2MEL-1</b>	Muestra tablero de partículas revestido de melamina barnizado con zeolitas A2 (15 g/L) y 1% de dispersante	
<p>Observaciones: <i>La dispersión de las zeolitas A2 es más eficiente, obteniendo una superficie transparente con algo de rugosidad superficial causada por aglomerado de las partículas.</i></p>		




Referencia	Descripción	Fotografía
<b>ZEB1MDF-1</b>	Muestra tablero MDF barnizado aditivado con zeolitas B1 (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>ZEB1H-1</b>	Muestra tablero haya barnizado aditivado con zeolitas B1 (15 g/L) y 1% de dispersante	

<b>ZEB1MEL-1</b>	Muestra tablero de partículas revestido de melamina barnizado con zeolitas B1 (15 g/L) y 1% de dispersante	
Observaciones: <i>La dispersión de las zeolitas B1 es más eficiente, obteniendo una superficie transparente con algo de rugosidad superficial causada por aglomerado de las partículas.</i>		
Referencia	Descripción	Fotografía
<b>ZEB2MDF-1</b>	Muestra tablero MDF barnizado aditivado con zeolitas B2 (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>ZEB2H-1</b>	Muestra tablero haya barnizado aditivado con zeolitas B2 (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>ZEB2MEL-1</b>	Muestra tablero de partículas revestido de melamina barnizado con zeolitas B2 (15 g/L) y 1% de dispersante	
Observaciones: <i>La dispersión de las zeolitas B2 es más eficiente, obteniendo una superficie transparente con algo de rugosidad superficial causada por aglomerado de las partículas.</i>		




Referencia	Descripción	Fotografía
<b>ZEE1MEL-1</b>	Muestra tablero de partículas revestido de melamina barnizado con zeolitas E1 (15 g/L) y 1% de dispersante	

<b>ZEE2MEL-2</b>	Muestra tablero de partículas revestido de melamina barnizado con zeolitas E1 (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>ZED1MEL-3</b>	Muestra tablero de partículas revestido de melamina barnizado con zeolitas D1 (15 g/L) y 1% de dispersante	
<p>Observaciones: La dispersión de las zeolitas con cobre, E1, E2 y D1 no es homogénea, obteniendo una superficie con bastante rugosidad superficial causada por aglomerado de las partículas, el peor de los tres casos se observa en con las zeolitas D1, siendo E1 y E2 las nanozeolitas de menor tamaño las que mejor se han dispersado en el barniz.</p>		

### ANTIFOULING

Referencia	Descripción	Fotografía
<b>GRAF MDF-1</b>	Muestra tablero MDF barnizado aditivado con grafeno 2,5%	
<b>GRAF H-1</b>	Muestra tablero haya barnizado aditivado con grafeno 2,5%	
<b>GRAF MEL-1</b>	Muestra tablero revestido melamina barnizado aditivado microcapsulas de salvia (15 g/L) y 1% de dispersante	

Referencia	Descripción	Fotografía
------------	-------------	------------

<b>F-SiO<sub>2</sub>MDF-1</b>	Muestra tablero MDF barnizado aditivado con F-SiO <sub>2</sub> (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>F-SiO<sub>2</sub>H-1</b>	Muestra tablero haya barnizado aditivado con F-SiO <sub>2</sub> (15 g/L) y 1% de dispersante	
<b>F-SiO<sub>2</sub>MEL-1</b>	Muestra tablero de partículas revestido de melamina barnizado con F-SiO <sub>2</sub> (15 g/L) y 1% de dispersante	
<p>Observaciones: <i>La dispersión de F-SiO<sub>2</sub> es un poco deficiente, apareciendo partículas blancas de F-SiO<sub>2</sub> de pequeño tamaño en toda la superficie.</i></p>		

**Técnicas de modificación de superficies mediante nanotecnología sobre materiales poliméricos, metálicos, madera, textiles y cerámicos - NANOSURF**

**Paquete de trabajo 2 – DESARROLLO DE PROTOTIPOS BASADOS EN LOS CASOS DE ESTUDIO DEFINIDOS. CASO DE ESTUDIO CONVERGENTE.**

**ENTREGABLE 7: PROTOTIPO/S CONVERGENTE EN SUBSTRATOS TEXTILES**

<b>Programa:</b>	PROGRAMA DE PROYECTOS DE I+D EN COLABORACIÓN
<b>Expediente:</b>	IMDECA/2016/57
<b>Fecha:</b>	Diciembre 2016
<b>Ejecutado por:</b>	AITEX


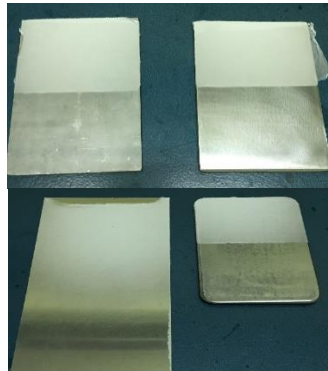

## PROTOTIPOS DE VELOS DE NANOFIBRAS DESARROLLADOS MEDIANTE TECNOLOGÍA ELECTROSPINNING


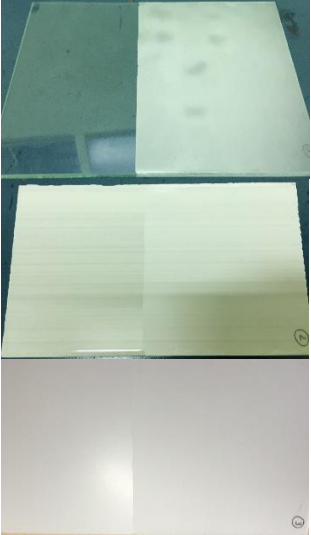

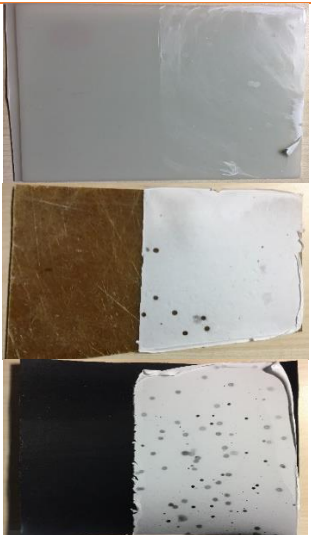
Para la **funcionalidad antibacteriana**, se han desarrollado diferentes velos de nanofibras, mediante la tecnología de *Electrospinning*, aditivados con principios activos con capacidad de evitar el crecimiento microbiano (**Aceite esencial de Salvia y Nitrato de Plata**).

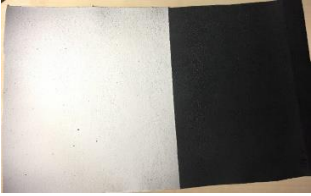


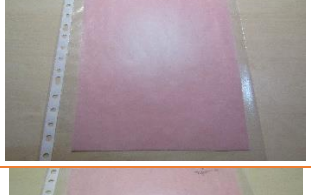



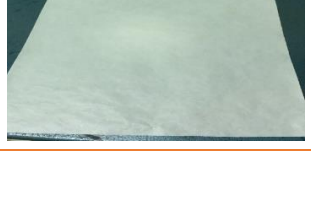
Además y con el objetivo de darle un valor extra a los sustratos textiles, tales como **propiedades hidratantes y regenerantes**, se ha seleccionado también el principio activo de **Alantoína** por sus propiedades cicatrizantes naturales.


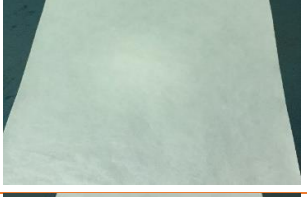
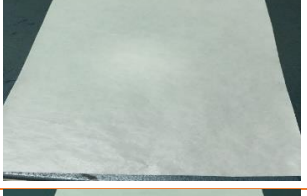
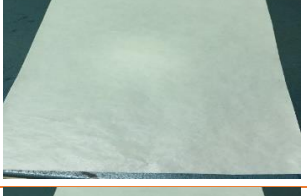
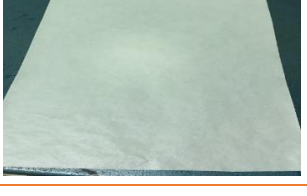
En primer lugar se ha realizado el proceso de electrospinning sobre papel encerado y una vez optimizado el velo se realiza sobre los diferentes sustratos objeto de estudio (metal, madera, cerámica, poliméricos, textiles)

En este entregable se presenta un documento gráfico con una selección de fotografías de los prototipos preparados.

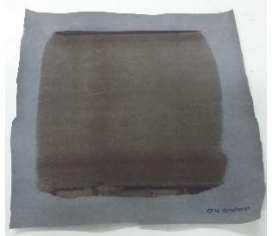
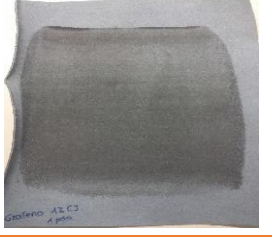
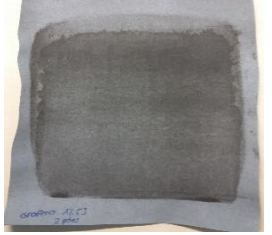
DISOLUCIÓN - MUESTRA	TIPO DE MATERIAL	POLÍMERO	DISOLVENTE	PRINCIPIO ACTIVO	IMAGEN
<b>Muestra B1S</b>	Papel encerado	TPU Carbosil 18%	DMF	18% Salvia	
<b>Muestras B – (1SMe, 2SMe, 3SMe y 4SMe)</b>	Metales  (Acero inox pulido, Acero inox sin pulir, Titanio, Aluminio 2024)	TPU Carbosil 18%	DMF	18% Salvia	
<b>Muestras B – (1SMa, 2SMa y 3SMa)</b>	Maderas  (MDF, Haya, Melamina sin barnizar)	TPU Carbosil 18%	DMF	18% Salvia	

					
<b>Muestras B – (1SOt, 2SOt y 3SOt)</b>	Cristal y Cerámicas  (Vidrio, Cerámica brillo, Cerámica mate)	TPU Carbosil 18%	DMF	18% Salvia	
<b>Muestra C1S</b>	Papel encerado	TPU Carbosil 18%	DMF	49.1% Salvia	
<b>Muestras C – (5S, 6S y 7S)</b>	Poliméricos  (ABS natural, Biopoliéster + FV, CoPP y 10% CNT)	TPU Carbosil 18%	DMF	47.5% Salvia	

<b>Muestras C – (8S1 y 8S2) 90% Microfibra 10% PU</b>	<b>Textil  (90% Microfibra 10% PU)</b>	<b>TPU Carbosil 18%</b>	<b>DMF</b>	<b>47.5% Salvia</b>	
<b>Muestra D1</b>	Papel encerado	DL-PLG 30%	DMF y CH <sub>3</sub> CN	1 % Alantoína	
<b>Muestra D2</b>	Papel encerado	DL-PLG 30%	DMF y CH <sub>3</sub> CN	2 % Alantoína	
<b>Muestra D3</b>	Papel encerado	DL-PLG 30%	DMF y CH <sub>3</sub> CN	3 % Alantoína	
<b>Muestra D4</b>	Papel encerado	DL-PLG 30%	DMF y CH <sub>3</sub> CN	4 % Alantoína	
<b>Muestra D5</b>	Papel encerado	DL-PLG 30%	DMF y CH <sub>3</sub> CN	1 % Alantoína + 0.5 AgNO <sub>3</sub>	
<b>Muestra D6</b>	Papel encerado	DL-PLG 30%	DMF y CH <sub>3</sub> CN	2 % Alantoína + 0.5 AgNO <sub>3</sub>	
<b>Muestra D7</b>	Papel encerado	DL-PLG 30%	DMF y CH <sub>3</sub> CN	3 % Alantoína + 0.5 AgNO <sub>3</sub>	

<b>Muestra D8</b>	Papel encerado	DL-PLG 30%	DMF y CH <sub>3</sub> CN	4 % Alantoína + 0.5 AgNO <sub>3</sub>	
<b>Muestra F2</b>	Papel encerado	PCL 16 %	Ácido acético	2 % Alantoína	
<b>Muestra F3</b>	Papel encerado	PCL 16 %	Ácido acético	3 % Alantoína	
<b>Muestra F4</b>	Papel encerado	PCL 16 %	Ácido acético	4 % Alantoína	
<b>Muestra F6</b>	Papel encerado	PCL 16 %	Ácido acético	2 % Alantoína + 0.5 AgNO <sub>3</sub>	

Para la **funcionalidad antifouling**, se ha aplicado el principio activo de **Óxido de Grafeno** (facilitado por AIMPLAS) sobre los textiles, mediante recubrimiento.

MUESTRA	TIPO DE MATERIAL	PRINCIPIO ACTIVO	CONCENTRACIÓN	PASADAS DE RECUBRIMIENTO	IMAGEN
<b>Recubrimiento antifouling FG1</b>	Textil (cara interna)	Óxido de grafeno	0.4 %	1 pasada	
<b>Recubrimiento antifouling FG2</b>	Textil (cara interna)	Óxido de grafeno	1 %	1 pasada	
<b>Recubrimiento antifouling FG2</b>	Textil (cara interna)	Óxido de grafeno	1 %	2 pasadas	

## PROTOTIPOS CON SISTEMAS ENCAPSULANTES DE PLA+SALVIA, ZEOLITAS Y NANOZEOLITAS

Para proporcionar la propiedad antibacteriana a tejidos de algodón, éstos se han impregnado con los siguientes sistemas encapsulantes:



- **Cápsulas de PLA + salvia** -> Obtenidas a través de la tecnología de spray-drying. La salvia es un principio activo natural con propiedades antibacterianas
- **Zeolitas de plata y cobre** -> Obtenidas mediante agitación mecánica. La plata y el cobre son elementos químicos aplicados en el sector sanitario con propiedades antibacterianas
- **Nanozeolitas de plata y cobre** -> Obtenidas mediante agitación mecánica. La plata y el cobre son elementos químicos aplicados en el sector sanitario con propiedades antibacterianas

### Tejidos de algodón impregnados con cápsulas de PLA + salvia

Se encapsula la salvia mediante secado por pulverizado o nano spray drying. Como membrana se utiliza el PLA (ácido poli láctico).

Una vez obtenidos los sistemas encapsulantes, se sprayan (técnica de impregnación de tejidos) sobre tejido de Co para proporcionar la propiedad antibacteriana.

De todos los prototipos obtenidos se seleccionan los que a continuación se presentan:

MUESTRA	COMPONENTES DE LA EMULSIÓN		SISTEMA IMPREGNACIÓN	IMAGEN
	Material a encapsular	Material encapsulante		
<b>1/2 (Salvia/PLA)</b>	Material a encapsular	Salvia	Cápsulas en disolución sobre tejidos de Co por pulverizado	
	Material encapsulante	PLA		
<b>1/8 (Salvia/PLA)</b>	Material a encapsular	Salvia	Cápsulas filtradas sobre tejidos de Co por pulverizado	
	Material encapsulante	PLA		

## Tejidos de algodón impregnados con zeolitas de $\text{AgNO}_3$ y $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .


Las zeolitas son materiales microporosos abiertos, donde el diámetro del microporo puede oscilar entre 2 y 20 Å. Este sistema de microporos les confiere excelentes propiedades, pues permite la transferencia de materia entre el espacio intra-cristalino y el medio que lo rodea.

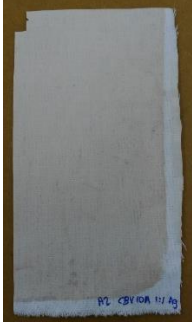

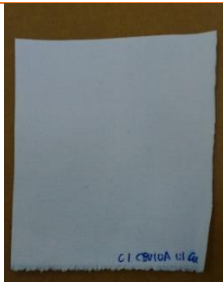


El enrejado tridimensional de las zeolitas está compuesto por tetraedros de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  enlazados entre sí, de un modo tal, que comparten sus oxígenos. Como resultado de las diferencias entre las cargas del silicio (Si: 4+) y el aluminio (Al: 3+), se genera por cada átomo de aluminio una carga negativa en exceso, que es neutralizada por los cationes de compensación para mantener la neutralidad eléctrica de la red cristalina.

A diferencia del agua, los cationes no tienen la libertad de abandonar los cristales a menos que se les sustituya por su equivalente electroquímico, ya que es necesario neutralizar la carga aniónica de la red; a esto se debe la propiedad de intercambio iónico de las zeolitas.

Como sólidos porosos con una importante superficie interna, ofrecen la posibilidad de incorporar y adsorber moléculas o iones en su enrejado abierto y sobre su superficie.

De todos los prototipos obtenidos se seleccionan los que a continuación se presentan:

MUESTRA	COMPONENTES DE LA EMULSIÓN		RELACIÓN	IMAGEN
<b>Tejido de CO estampado con zeolitas CBV 100 -&gt; 1:1 <math>\text{AgNO}_3</math></b>	Material a encapsular	$\text{Ag NO}_3$	1	
	Material encapsulante	Zeolita	1	
<b>Tejido de CO estampado con zeolitas CBV 100 -&gt; 1:1.5 <math>\text{AgNO}_3</math></b>	Material a encapsular	$\text{Ag NO}_3$	1.15	
	Material encapsulante	Zeolita	1	


<b>Tejido de CO estampado con zeolitas CBV 10A -&gt; 1:1 AgNO<sub>3</sub></b>	Material a encapsular	Ag NO3	1	
	Material encapsulante	Zeolita	1	
<b>Tejido de CO estampado con zeolitas CBV 10A -&gt; 1:1.5 AgNO<sub>3</sub></b>	Material a encapsular	Ag NO3	1.5	
	Material encapsulante	Zeolita	1	
<b>Tejido de CO estampado con zeolitas CBV 10A-&gt; 1:1 Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>*3H<sub>2</sub>O</b>	Material a encapsular	Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> * 3H <sub>2</sub> O	1	
	Material encapsulante	Zeolita	1	
<b>Tejido de CO estampado con zeolitas CBV 10A -&gt; 1:1.5 Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>*3H<sub>2</sub>O</b>	Material a encapsular	Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> * 3H <sub>2</sub> O	1.5	
	Material encapsulante	Zeolita	1	
<b>Tejido de CO estampado con zeolitas CBV 100 -&gt; 1:1.5 Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>*H<sub>2</sub>O</b>	Material a encapsular	Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> * 3H <sub>2</sub> O	1.5	
	Material encapsulante	Zeolita	1	



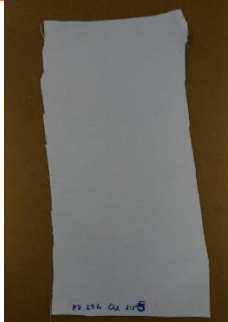

### Tejidos de algodón impregnados con nanozeolitas de AgNO<sub>3</sub> y Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O.

Los nanocristales de zeolita (nanozeolitas) con una distribución de partículas estrecha y un tamaño menor que 100 nm han recibido mucha atención por sus grandes aplicaciones potenciales en catálisis y adsorción.

El decrecimiento en los tamaños del cristal desde micrómetros hasta nanómetros resulta en superficies externas grandes, menor difusión y más sitios activos expuestos.

La relación del número de átomos externos e internos aumenta rápidamente al disminuir el tamaño de la partícula y las nanopartículas de zeolita tienen grandes áreas externas y una superficie altamente activa. Los materiales resultantes son considerados como potenciales para su aplicación en catálisis y separación debido a la facilidad de transporte de moléculas a través de los nanoporos y la menor probabilidad de difusión a través de sus paredes.

MUESTRA	COMPONENTES DE LA EMULSIÓN		RELACIÓN	IMAGEN
<b>Tejido de CO estampado con zeolitas NANOFAU-X-&gt; AgNO<sub>3</sub> 1:1.5</b>	Material a encapsular	Ag NO <sub>3</sub>	1.5	
	Material encapsulante	Nanozeolita	1	
<b>Tejido de CO estampado con zeolitas NANO LTL-&gt; AgNO<sub>3</sub> 1:1.5</b>	Material a encapsular	Ag NO <sub>3</sub>	1.15	
	Material encapsulante	Nanozeolita	1	

<b>Tejido de CO estampado                      con zeolitas NANOLTA-                      100-&gt; AgNO<sub>3</sub> 1:1.5</b>	Material a encapsular	Ag NO <sub>3</sub>	1.5	
	Material encapsulante	Nanozeolita	1	
<b>Tejido de CO estampado                      con zeolitas NANOFUAU-X-&gt;                      Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>*3H<sub>2</sub>O 1:1.5</b>	Material a encapsular	Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> *3 H <sub>2</sub> O	1.5	
	Material encapsulante	Nanozeolita	1	
<b>Tejido de CO estampado                      con zeolitas NANO LTL-&gt;                      Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>*3H<sub>2</sub>O 1:1.5</b>	Material a encapsular	Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> *3 H <sub>2</sub> O	1	
	Material encapsulante	Nanozeolita	1	
<b>Tejido de CO estampado                      con zeolitas NANOLTA-                      100-&gt; Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>*3H<sub>2</sub>O 1:1.5</b>	Material a encapsular	Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> *3 H <sub>2</sub> O	1.5	
	Material encapsulante	Nanozeolita	1	

## Técnicas de modificación de superficies mediante nanotecnología sobre materiales poliméricos, metálicos, madera, textiles y cerámicos - NANOSURF

### Paquete de trabajo 3 – CARACTERIZACIÓN DE RECUBRIMIENTOS. CONVERGENCIAS.

#### ENTREGABLE 8: CARACTERIZACIÓN DE TRATAMIENTOS SUPERFICIALES. CONVERGENCIAS.

<b>Programa:</b>	PROGRAMA DE PROYECTOS DE I+D EN COLABORACIÓN
<b>Expediente:</b>	IMDECA/2016/57
<b>Fecha:</b>	Diciembre 2016
<b>Ejecutado por:</b>	AIMPLAS/AIDIMME/ITC/AITEX

## 1. CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE PRINCIPIOS ACTIVOS.

### **MICROCÁPSULAS DE SALVIA**

En la figura 1 se muestra una micrografía obtenida de las microcápsulas de salvia utilizadas.

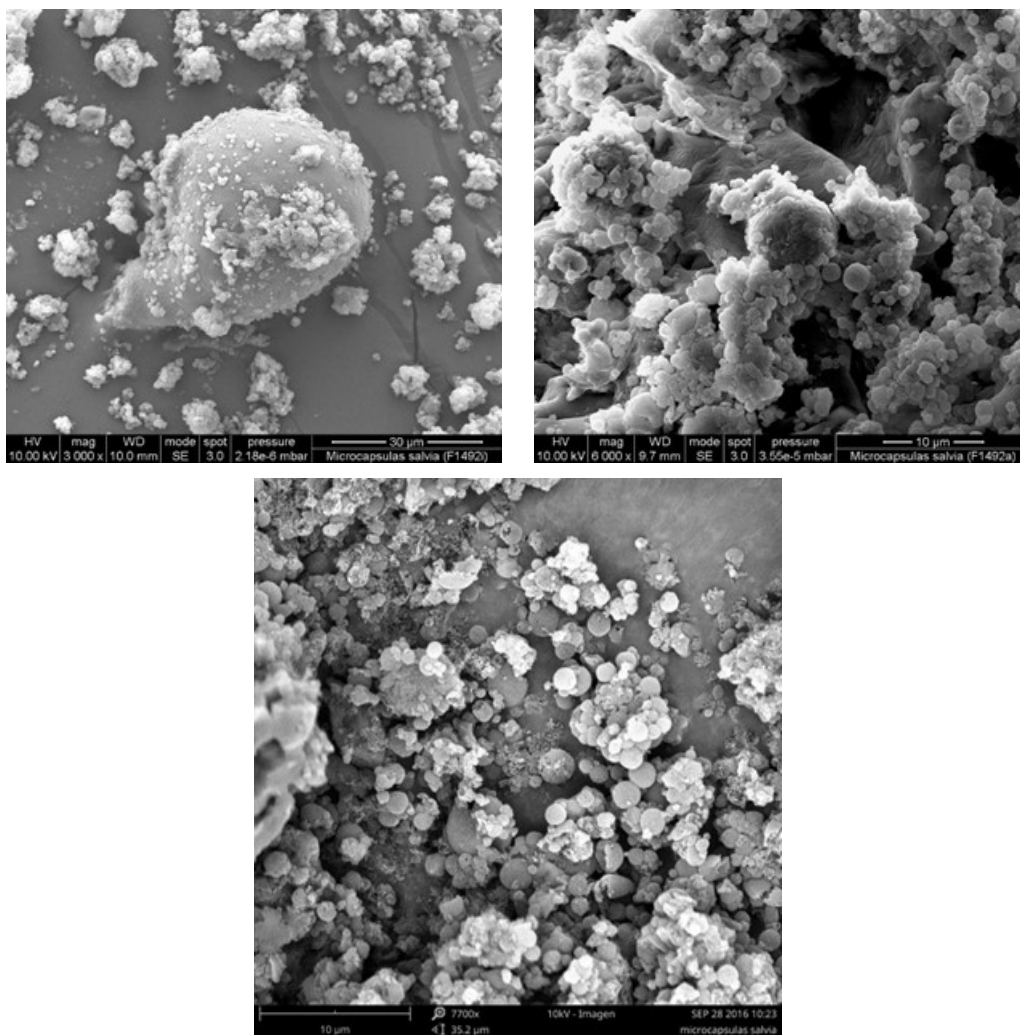


Figura 1. Micrografía de las microcápsulas de salvia

En las micrografía obtenidas se puede observar que la muestra presenta aglomerados hasta de 50  $\mu\text{m}$  de diámetro. Dichos aglomerados están formados por partículas nanométricas.

### **NANOFIBRAS**

La caracterización morfológica por SEM muestra las siguientes imágenes:

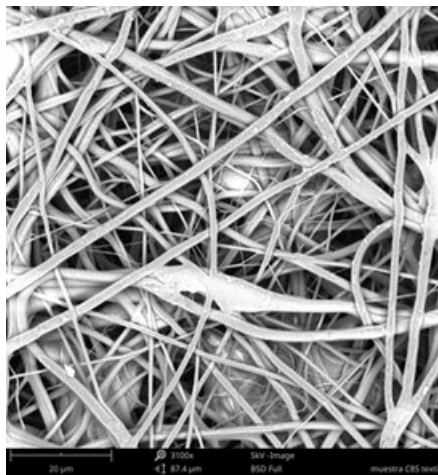
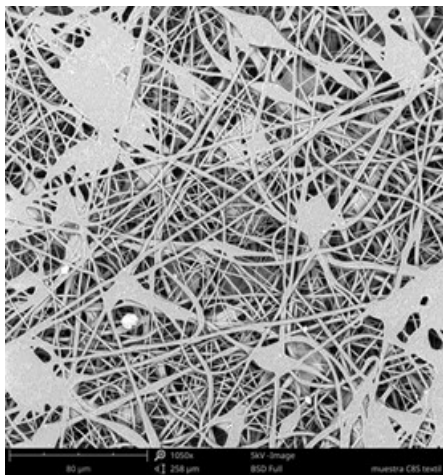
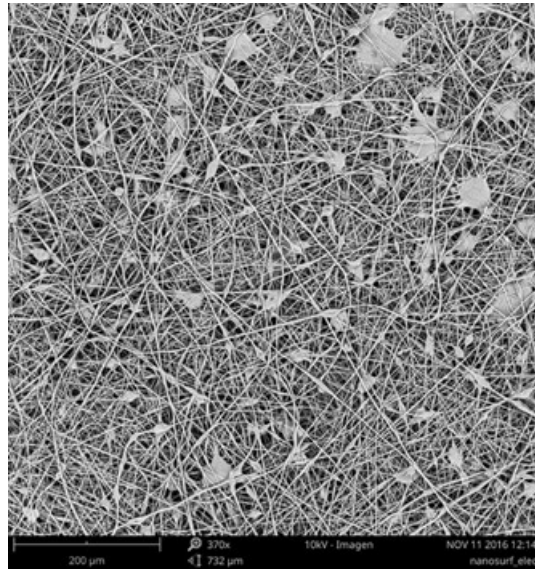


Figura 2. Muestra C- 8S. Visión SEM a x1000 y x3000.

La determinación de los tamaños de las nanofibras fue el siguiente:

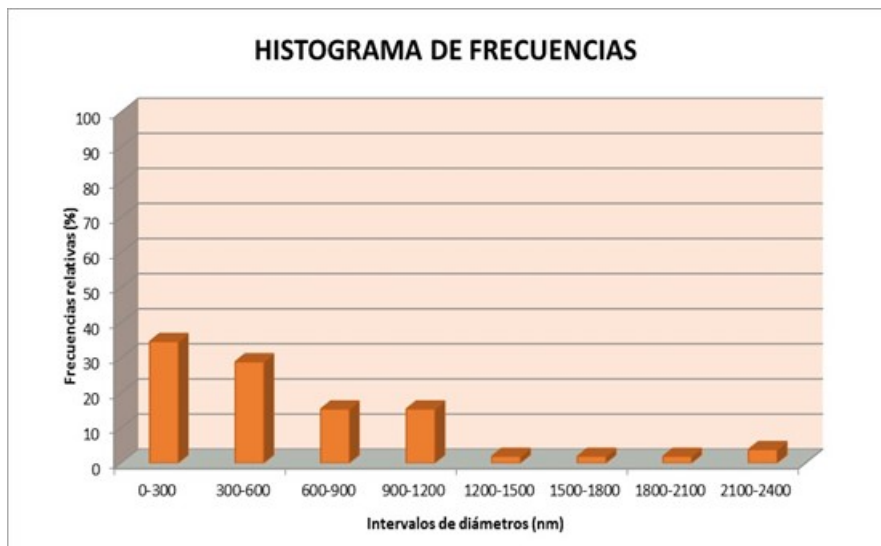


Figura 3. Histogramas de frecuencia muestra con adición de salvia  
(Muestra C-8S1 (90% Microfibra + 10 % Poliuretano))

## ZEOLITAS

La caracterización morfológica por SEM muestra las siguientes imágenes:

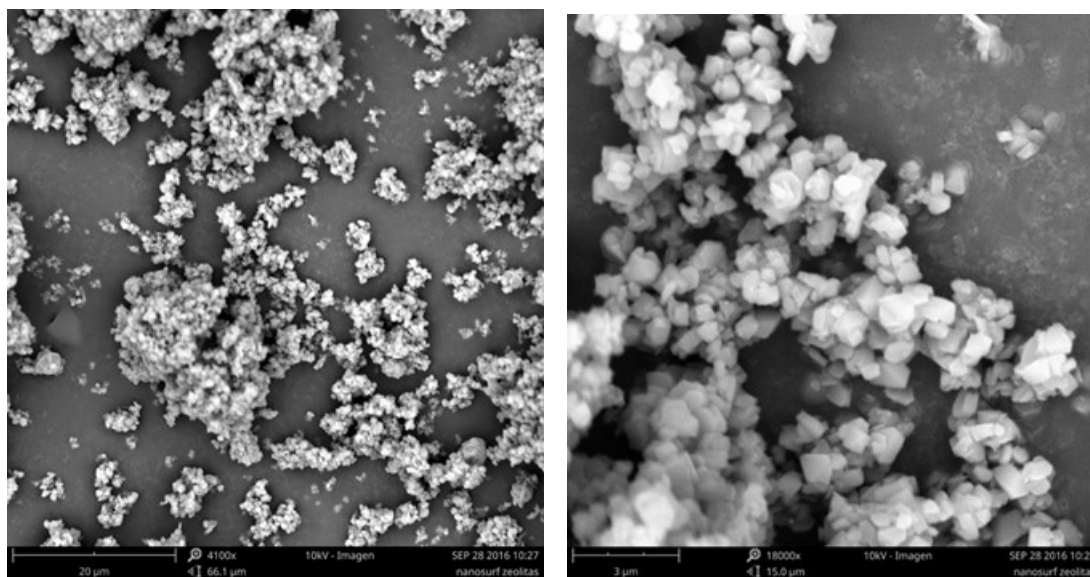


Figura 4. Micrograffías de las zeolitas.

Se llevó a cabo la caracterización composicional de las zeolitas, para lo cual se determinó la humedad de cada una de ellas y la concentración de Ag y de Cu mediante WD-FRX.

### **Determinación del contenido de Ag y de Cu en las muestras de zeolita y nanozeolita**

La determinación de Ag y Cu en las muestras de zeolita se llevó a cabo mediante espectrometría de fluorescencia de rayos X por dispersión de longitudes de onda (WD-FRX), utilizando materiales de referencia que garantizan la trazabilidad de las medias. El equipo utilizado fue un espectrómetro modelo AXIOS de la firma PANalytical con tubo de Rh y 4 kW de potencia.

En la tabla 1 se muestran los resultados obtenidos en la determinación de Ag en las zeolitas, y en la tabla 2 se muestran los resultados obtenidos en la determinación de Ag y Cu en las nanozeolitas.

**Tabla 1. Resultados de la determinación de Ag en las zeolitas**

<b>Muestra</b>	<b>Humedad (%) (110°C, 24 h)</b>	<b>Concentración de Ag (%)</b>
A1	40,0	1,1
A2	23,5	1,2
B1	6,3	1,5
B2	49,1	1,9

**Tabla 2. Resultados de la determinación de Ag y Cu en las nanozeolitas**

Zeolita	Humedad (%)	Concentración de Cu (sobre muestra seca) (%)	Concentración de Ag (sobre muestra seca) (%)
C1: CBV 10-A ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 / \text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1 / 1$ )	33,4	0,8	-
C2: CBV 10-A ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 / \text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1 / 1.5$ )	20,5	1,1	-
D1: CBV 100 ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 / \text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1 / 1.5$ )	32,1	1,3	-
E1: FAUX ( $\text{AgNO}_3 / \text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1 / 1.5$ )	44,2	-	1,9
E2: FAUX ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 / \text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1 / 1.5$ )	50,9	1,3	-
F1: LTL ( $\text{AgNO}_3 / \text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1 / 1.5$ )	41,7	-	1,7
F2: LTL ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 / \text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1 / 1.5$ )	36,7	1,1	-
G1: LTA ( $\text{AgNO}_3 / \text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1 / 1.5$ )	34,7	-	1,7
G2: LTA ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 / \text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1 / 1.5$ )	47,6	1,2	-

## ÓXIDO DE GRAFENO (GO)

La caracterización morfológica por SEM del óxido de grafeno muestra las siguientes imágenes:

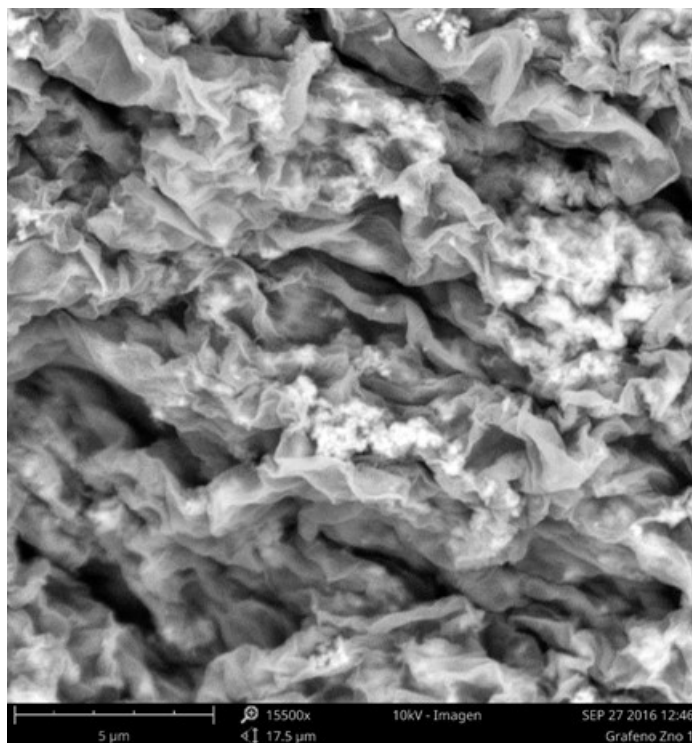


Figura 5. Microfotografías de óxido de grafeno.

El ZnO adsorbido en la superficie del grafeno muestra la siguiente morfología:

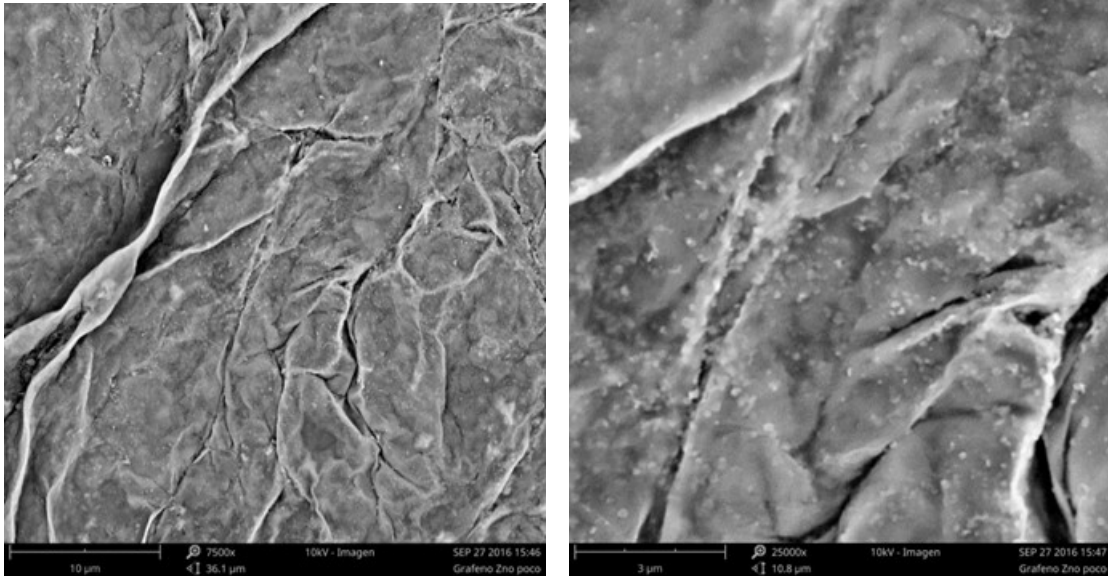


Figura 6. Microfotografías de óxido de grafeno con ZnO.

## SÍLICA FLUORADA

La caracterización morfológica por SEM de las sílicas fluoradas muestra las siguientes imágenes:

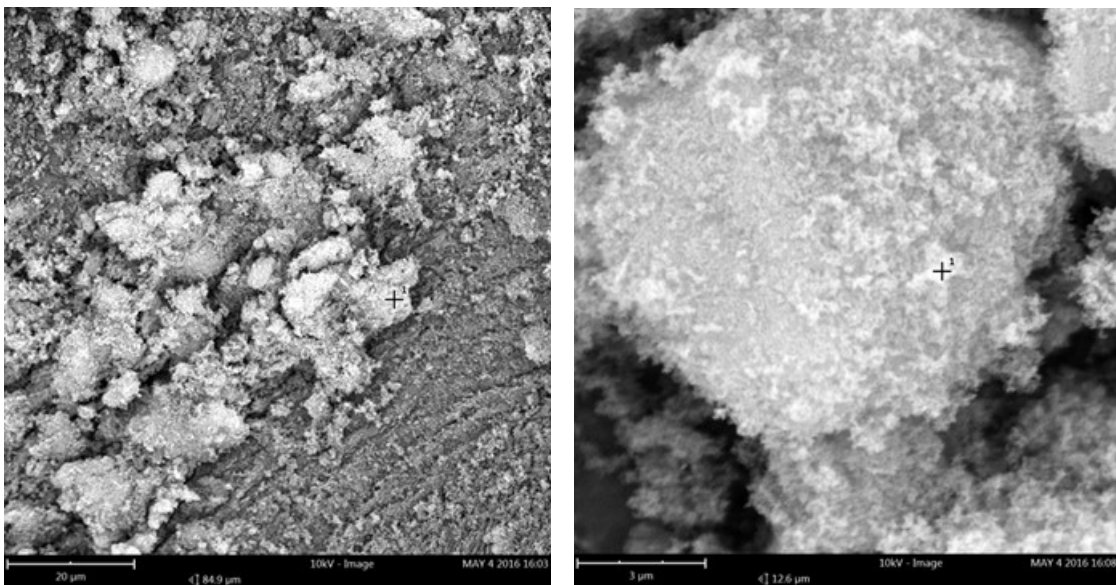


Figura 7. Microfotografías de sílicas fluoradas.

## **2. CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE RECUBRIMIENTOS.**

### **SUPERFICIES METÁLICAS**

Los materiales recibidos presentaban las siguientes referencias:

- Muestra 1: Aluminio B2
- Muestra 2: Aluminio D1
- Muestra 3: E1
- Muestra 4: E2

Se llevó a cabo el estudio de las muestras por microscopia electrónica de barrido (MEB) con objeto de conocer su microestructura y la distribución de los principios activos (Ag y Cu).

#### **Ensayos realizados**

Las muestras se observaron y fotografiaron con la señal de electrones retrodispersados del microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FEG-ESEM Quanta 200F). Dicha señal proporciona información sobre la topografía y composición. Es tanto más intensa cuanto mayor es el número atómico medio de la muestra, de manera que las zonas más claras contienen elementos más pesados (contraste de composición).

Asimismo, las muestras se analizaron con un equipo de microanálisis por dispersión de energías de rayos X (EDX) conectado al microscopio. Cabe destacar que el volumen de interacción del haz de electrones es del orden o superior a  $3\mu\text{m}$ , por lo que, en el caso de analizar zonas muy pequeñas, puede recibirse información química procedente de los alrededores. Además, hay que considerar que con este sistema de análisis se detectan los elementos de número atómico igual o mayor que 6 (desde el carbono).

#### **Resultados y discusión**

Las micrografías y los análisis EDX efectuados se incluyen a continuación.

En cuanto a la muestra N°4: E2, no se ha sometido al estudio por MEB debido a que la superficie de dicha muestra no era continua, estaba muy cuarteada.

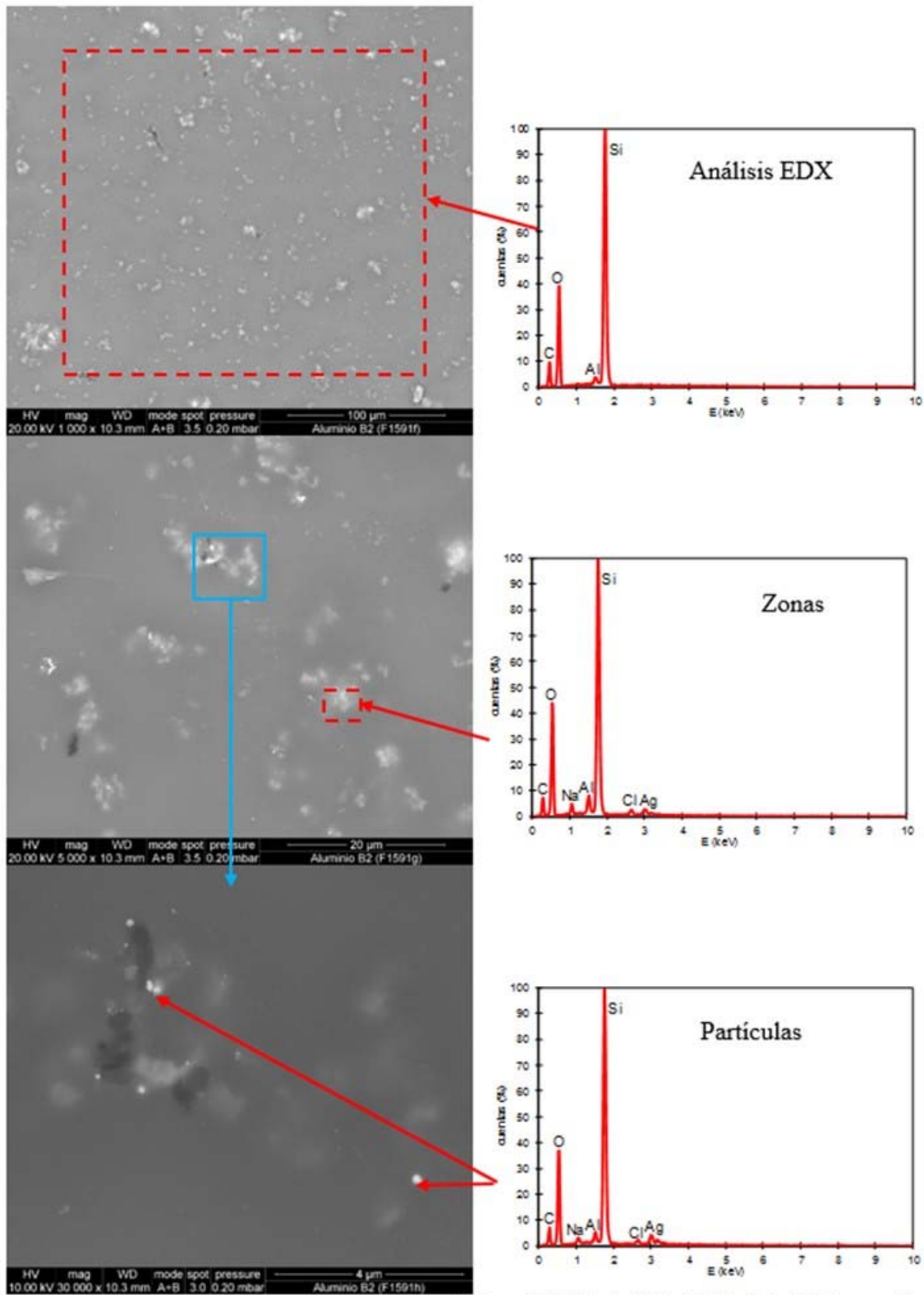


Figura 8. Superficie de la muestra “Aluminio B2” vista al MEB. Análisis EDX global de la superficie, análisis EDX de las zonas claras y de las partículas nanométricas, blancas y brillantes al MEB.

En los resultados obtenidos en el análisis global se observa que la zeolita se encuentra distribuida homogéneamente en la superficie de la muestra. En los análisis puntuales de las zonas claras, se ha detectado la presencia de plata.

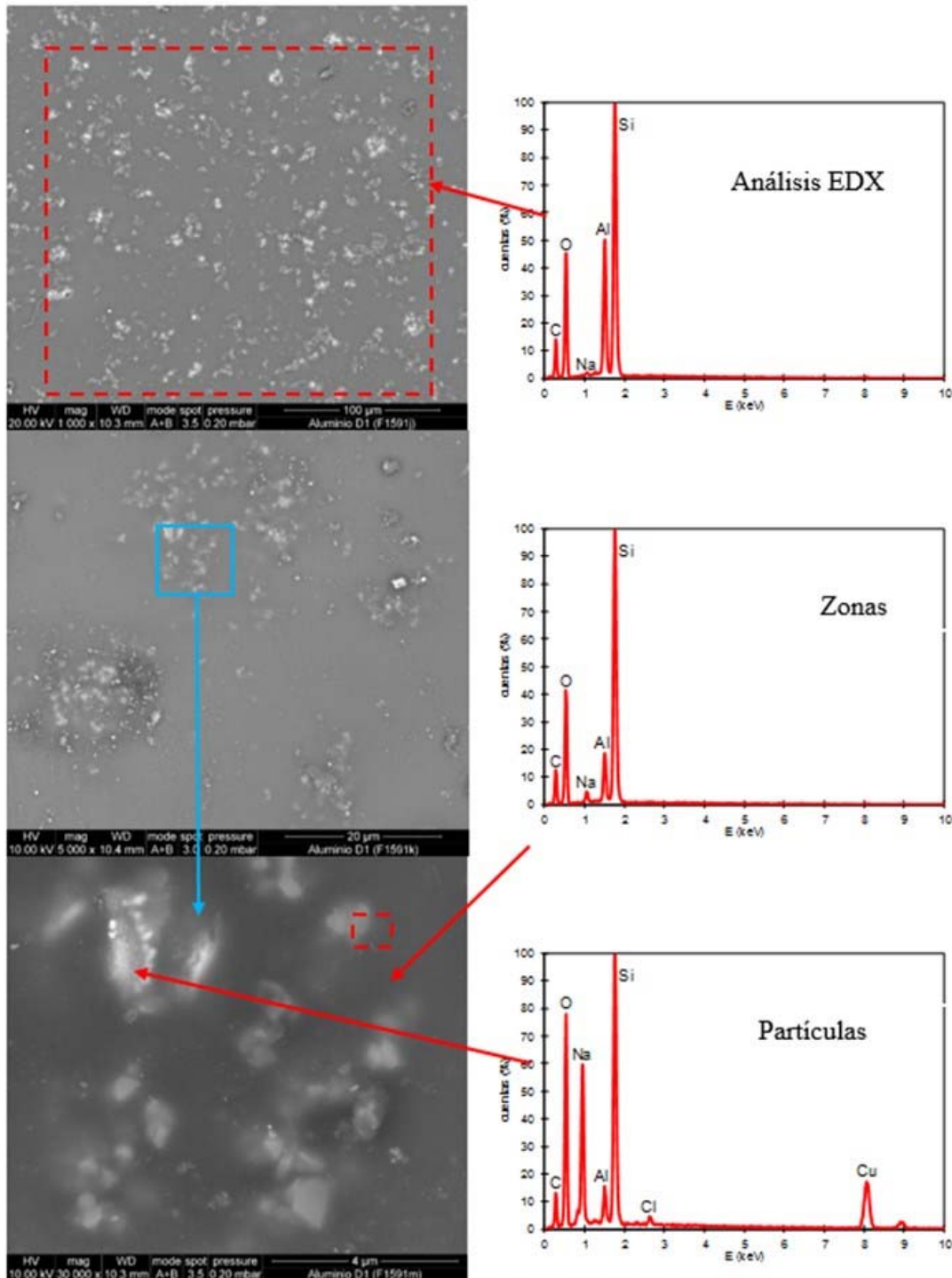
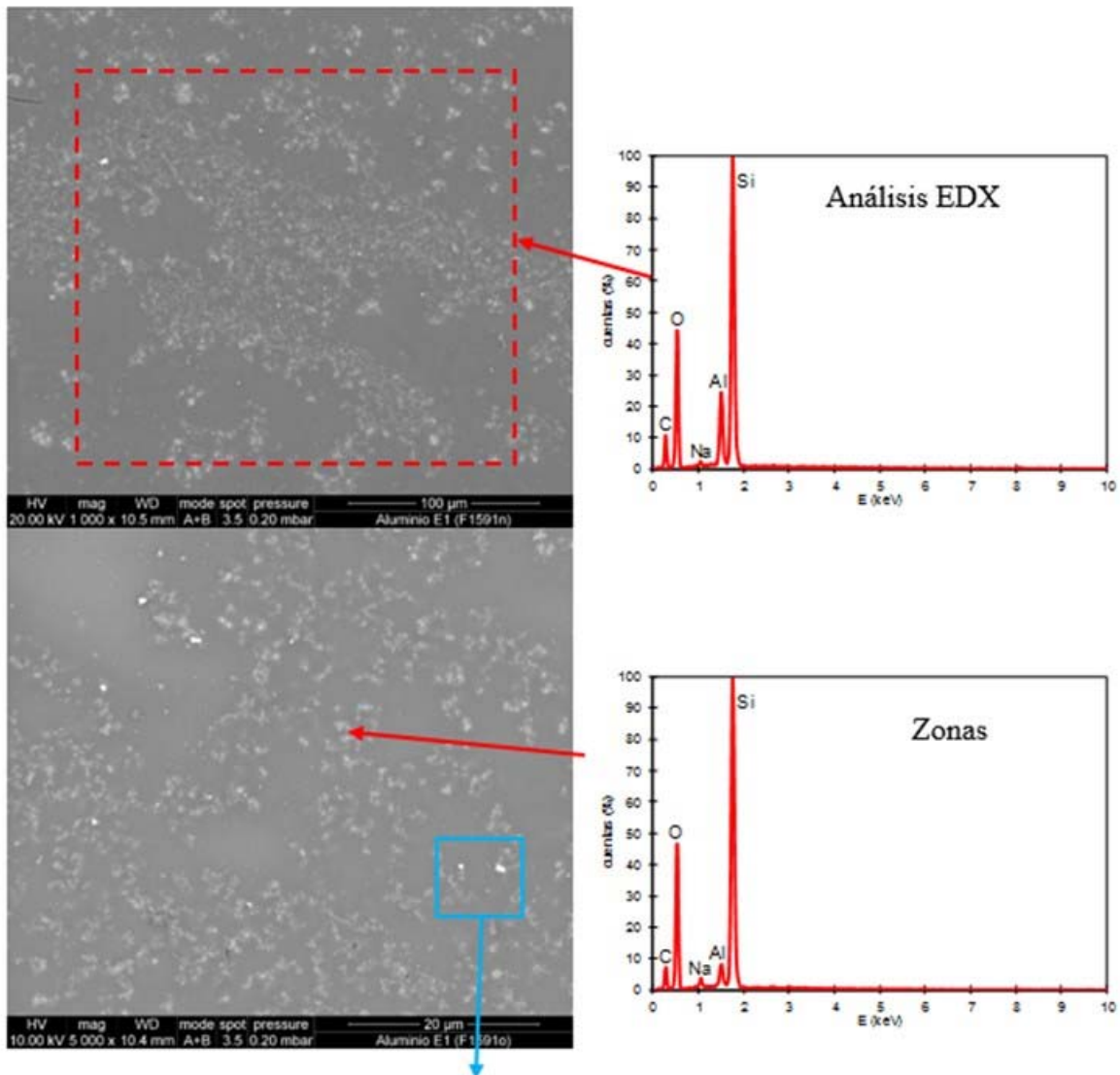


Figura 9. Superficie de la muestra “Aluminio D1” vista al MEB. Análisis EDX global de la superficie, análisis EDX de las zonas claras y de las partículas nanométricas, blancas y brillantes al MEB.

En los resultados obtenidos en el análisis global se observa que la zeolita también se encuentra distribuida homogéneamente en la superficie de la muestra. Pero, sólo en un caso puntual se ha detectado la presencia de cobre.



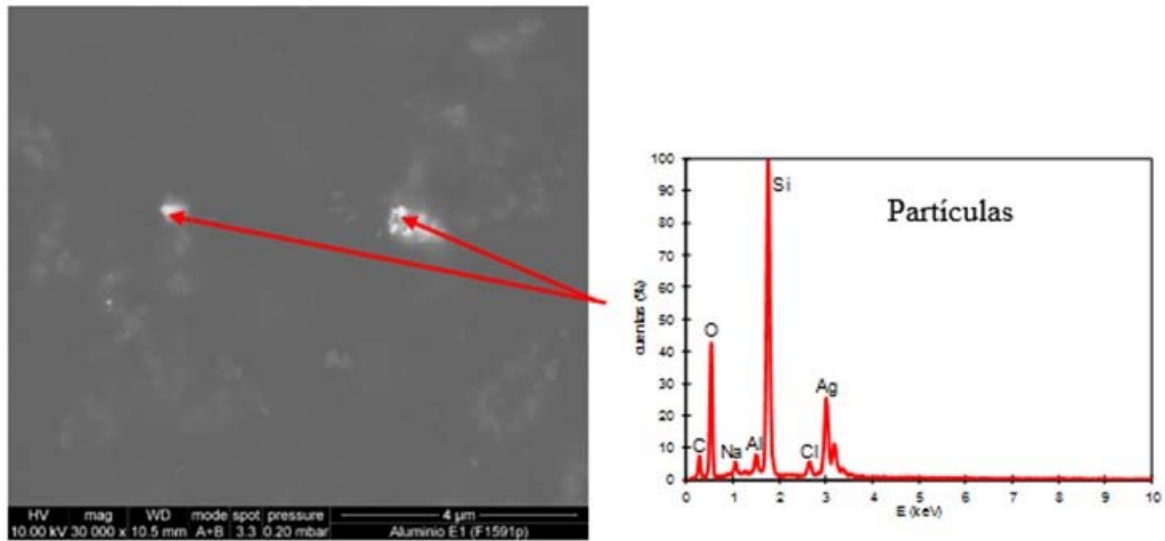


Figura 10. Superficie de la muestra “Aluminio E1” vista al MEB. Análisis EDX global de la superficie, análisis EDX de las zonas claras y de las partículas nanométricas, blancas y brillantes al MEB.

En los resultados obtenidos, al igual que en las muestras anteriores, en el análisis global se observa que la zeolita se encuentra distribuida homogéneamente en la superficie de la muestra. En el análisis puntual se ha detectado la presencia de plata.

## SUPERFICIES TEXTILES

Los materiales recibidos presentaban las siguientes referencias:

- Muestra 1: Original
- Muestra 2: A2 CBV 10A 1:1 Ag
- Muestra 3: C1 CBV 10A 1:1 Cu

Se llevó a cabo el estudio de las muestras por microscopia electrónica de barrido (MEB) con objeto de conocer su microestructura y la distribución de los principios activos (Ag y Cu).

### **Ensayos realizados**

Las muestras se observaron y fotografiaron con la señal de electrones retrodispersados del microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FEG-ESEM Quanta 200F). Dicha señal proporciona información sobre la topografía y composición. Es tanto más intensa cuanto mayor es el número atómico medio de la muestra, de manera que las zonas más claras contienen elementos más pesados (contraste de composición).

Asimismo, las muestras se analizaron con un equipo de microanálisis por dispersión de energías de rayos X (EDX) conectado al microscopio. Cabe destacar que el volumen de interacción del haz de electrones es del orden o superior a  $3\mu\text{m}$ , por lo que, en el caso de analizar zonas muy pequeñas, puede recibirse información química procedente de los alrededores. Además, hay que considerar que con este sistema de análisis se detectan los elementos de número atómico igual o mayor que 6 (desde el carbono).

Por otra parte, las muestras se observaron con el microscopio estereoscópico.

### **Resultados y discusión**

En las figuras 11 y 12 se muestran las micrografías obtenidas para la muestra sin tratamiento y para las muestras tratadas con zeolitas a tres aumentos diferentes, así como el análisis EDX de cada una de las muestras.

Al comparar las micrografías de la muestra sin tratamiento con las de las muestras tratadas con las zeolitas, se observa que, en ambos casos, la distribución de las partículas de zeolita en las fibras de los tejidos es homogénea. Además, en el análisis EDX se puede observar, tal y como era de esperar, la presencia de Ag en la muestra A2 CBV 10A 1:1 Ag, y la presencia de Cu en la muestra C1 CBV 10A 1:1 Cu.

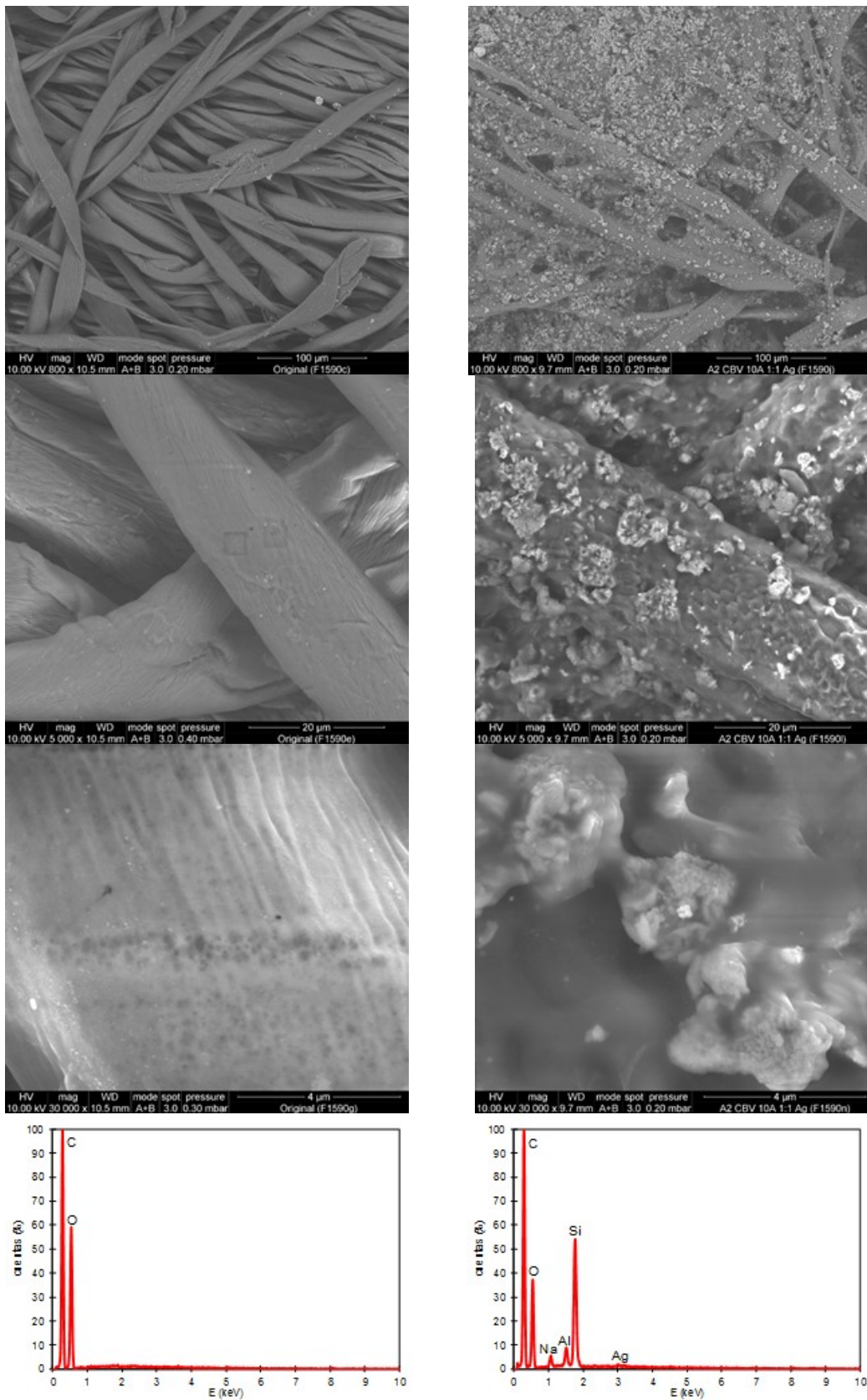


Figura 11. Micrografías al MEB y análisis EDX global de las muestras Tejido original (columna izquierda) y tejido A2 CBV 10A 1:1 Ag.

En el análisis EDX de la muestra tratada con la zeolita que contiene Ag se observa que, además de los elementos C y O presentes en el tejido original, presenta los elementos típicos de una zeolita junto a la Ag.

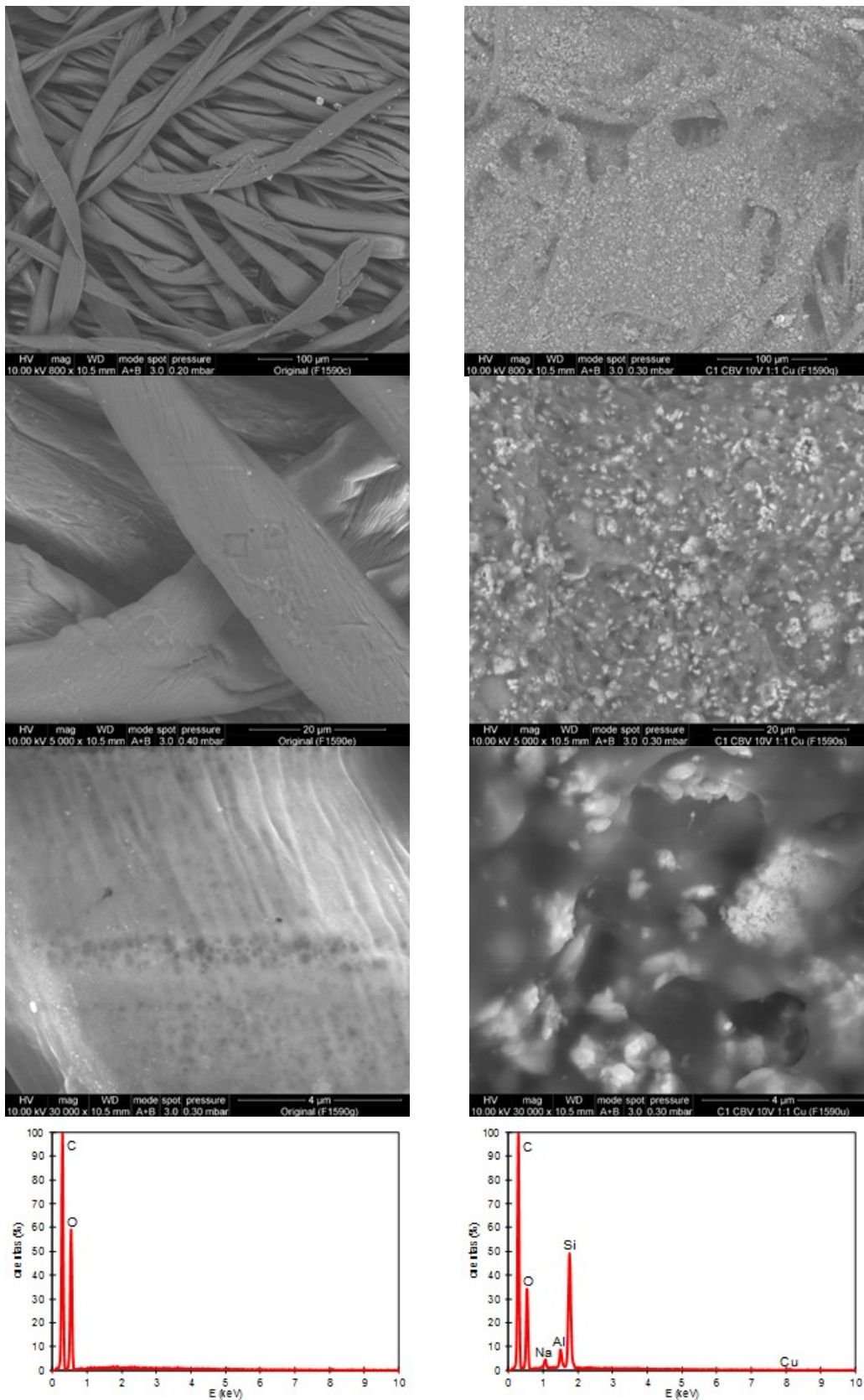


Figura 12. Micrografías al MEB y análisis EDX global de las muestras Tejido original (columna izquierda) y tejido C1 CBV 10A 1:1 Cu.

En el análisis EDX de la muestra tratada con la zeolita que contiene Cu se observa que, además de los elementos C y O presentes en el tejido original, presenta los elementos típicos de una zeolita junto al Cu.

Para clarificar el estudio, además del análisis mediante MEB se ha realizado el análisis mediante un microscopio estereoscópico. En la figura 13 se comparan las micrografías obtenidas en el microscopio estereoscópico (columna de la izquierda) y en el MEB (columna de la derecha) para las muestras recibidas: Original, A2 CBV 10A 1:1 Ag y C2 CBV 10A 1:1 Cu, donde también se puede observar la homogeneidad de la distribución de la zeolita en las fibras de los tejidos.

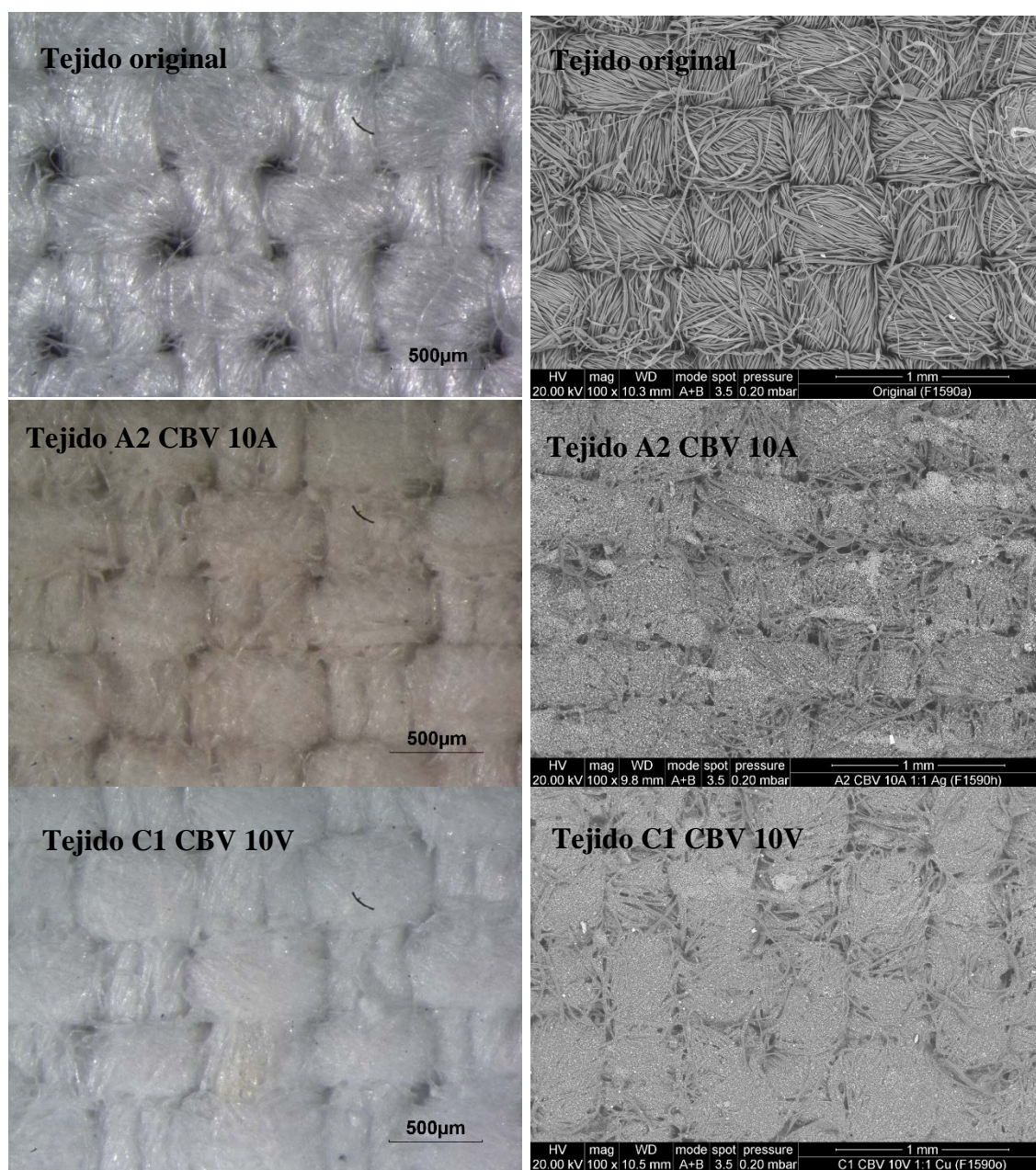


Figura 13. Micrografías al microscopio estereoscópico (columna de la izquierda) y al MEB (columna de la derecha) de los tejidos: Original, A2 CBV 10A 1:1 Ag y C2 CBV 10A 1:1 Cu.

En las figuras 14 y 15 se muestran de nuevo los análisis EDX globales de las muestras tratadas con las zeolitas, donde se han ampliado los espectros en la zona donde aparecen los picos de Ag y Cu.

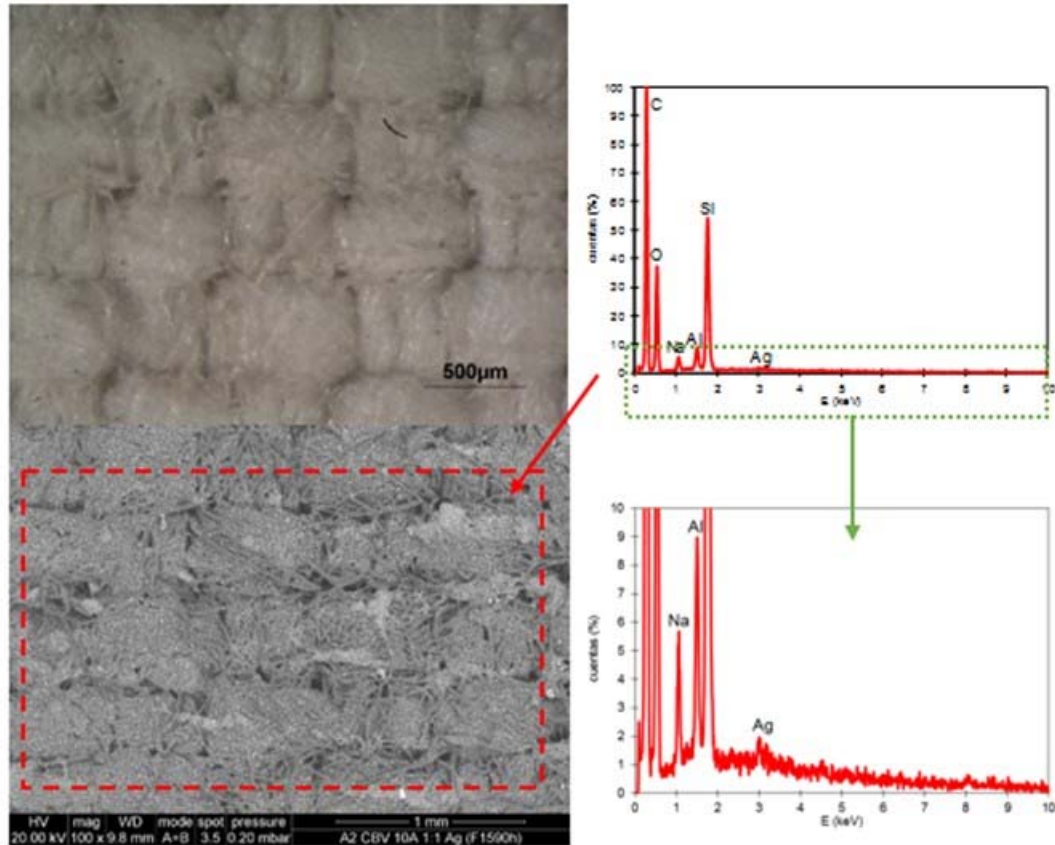


Figura 14. Muestra A2 CBV 10A 1:1 Ag vista al microscopio estereoscópico y al MEB. Análisis EDX global.

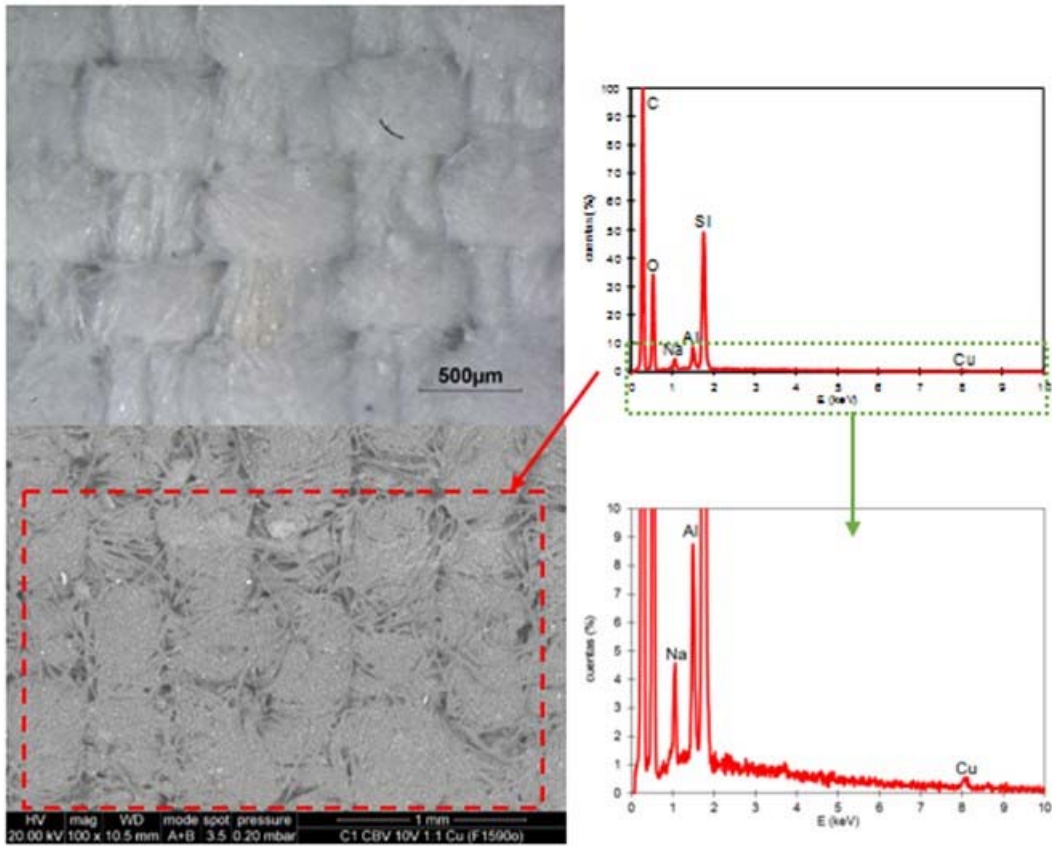


Figura 15. Muestra C1 CBV 10A 1:1 Cu vista al microscopio estereoscópico y al MEB. Análisis EDX global.

## **SUPERFICIES CERÁMICAS**

Debido al elevado número de muestras de zeolita y nanozeolitas a ensayar, se decidió seleccionar únicamente algunas de ellas para la obtención de los recubrimientos y la realización del ensayo bactericida. Según el análisis químico realizado a las muestras, se decidió seleccionar las siguientes muestras:

- A1: CBV 100 ( $\text{AgNO}_3/\text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1/1$ ), en adelante ZA1.
- B2: CBV 100 ( $\text{AgNO}_3/\text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1/1.5$ ), en adelante ZB2.
- F1: LTL ( $\text{AgNO}_3/\text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1/1.5$ ), en adelante ZF1.
- F2: LTL ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2/\text{H}_2\text{O} \Rightarrow 1/1.5$ ), en adelante ZF2.

Los criterios seguidos para seleccionar las muestras de zeolita a ensayar fueron los siguientes:

- ✓ Las muestras ZA1 y ZB2 presentan la misma composición química, diferenciándose únicamente en la proporción de plata que contienen.
- ✓ Las muestras ZF1 y ZF2 presentan la misma composición química, diferenciándose en que la muestra ZF1 contiene plata y la muestra ZF2 contiene cobre.

### **Ensayos realizados**

Las muestras se observaron y fotografiaron con la señal de electrones retrodispersados del microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FEG-ESEM Quanta 200F). Dicha señal proporciona información sobre la topografía y composición. Es tanto más intensa cuanto mayor es el número atómico medio de la muestra, de manera que las zonas más claras contienen elementos más pesados (contraste de composición).

Asimismo, las muestras se analizaron con un equipo de microanálisis por dispersión de energías de rayos X (EDX) conectado al microscopio. Cabe destacar que el volumen de interacción del haz de electrones es del orden o superior a  $3\mu\text{m}$ , por lo que, en el caso de analizar zonas muy pequeñas, puede recibirse información química procedente de los alrededores. Además, hay que considerar que con este sistema de análisis se detectan los elementos de número atómico igual o mayor que 6 (desde el carbono).

### **Resultados y discusión**

En las figuras 16 a 19 se muestran los análisis mediante MEB-EDX de las piezas con la aplicación de las zeolitas seleccionadas (ZA1, ZB2, ZF1 y ZF2), donde se han realizado los análisis puntuales y globales de la superficie de las mismas.

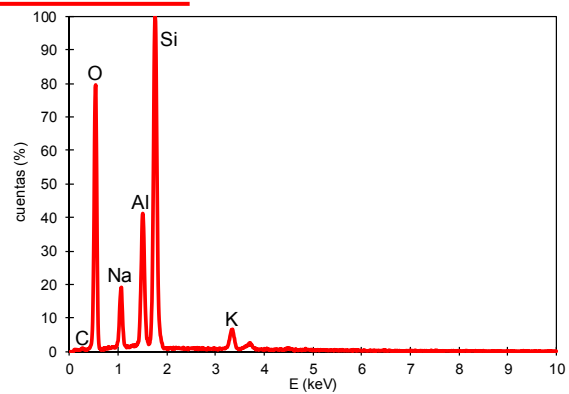
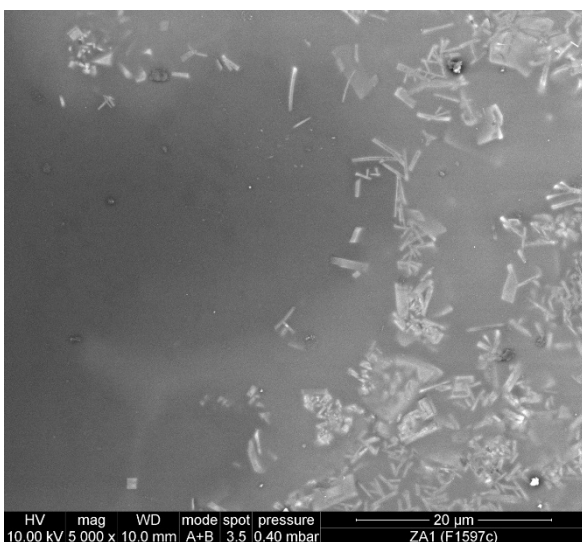
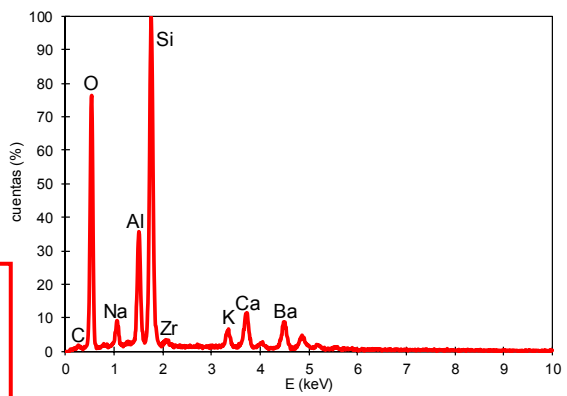
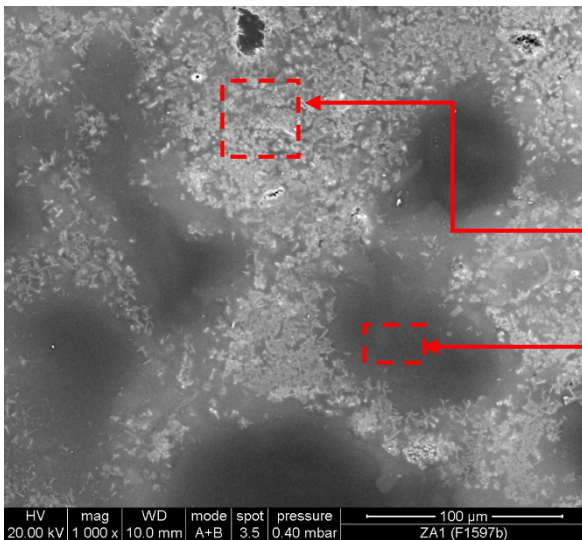
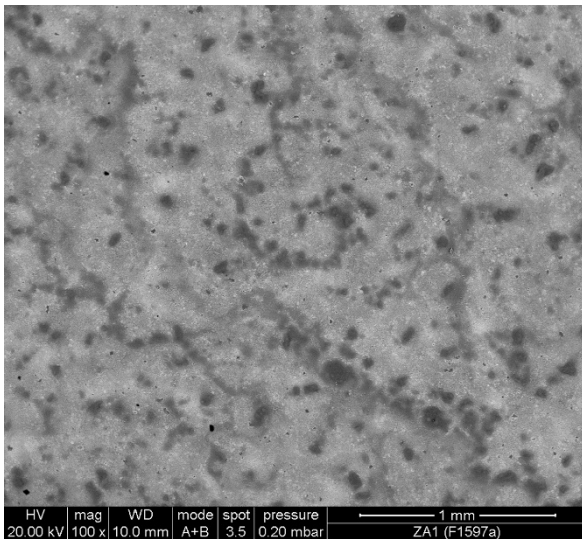


Figura 16 Superficie de la muestra ZA1 al MEB. Análisis EDX global de las zonas claras, con cristales, y de las zonas oscuras.

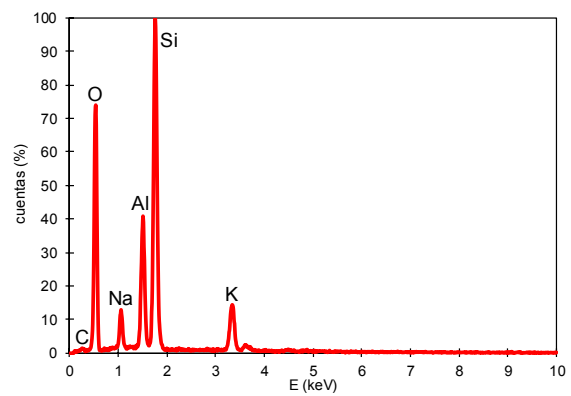
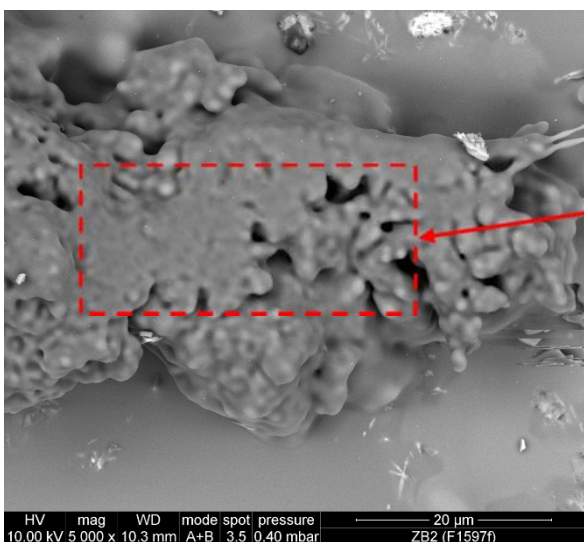
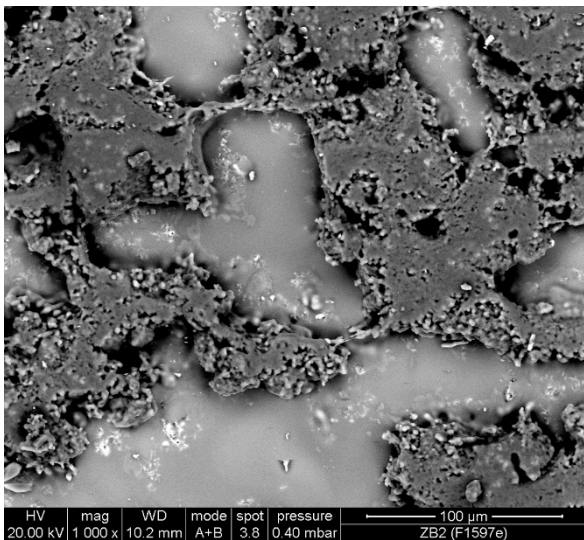
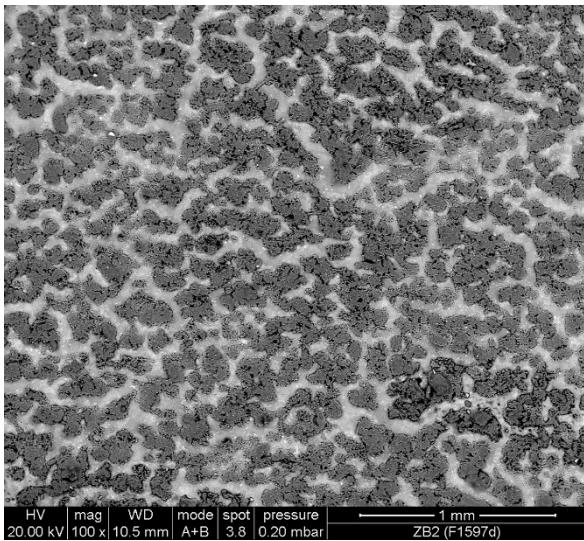


Figura 17 Superficie de la muestra ZB2 al MEB. Análisis EDX global de las zonas oscuras.

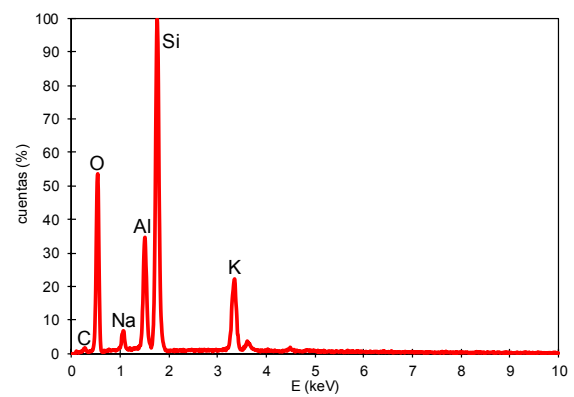
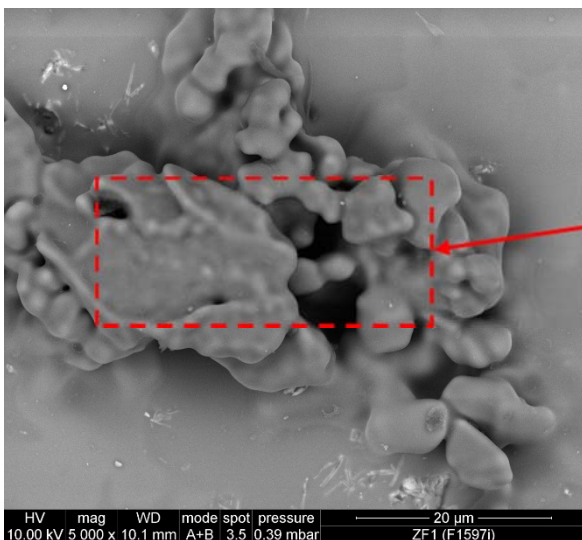
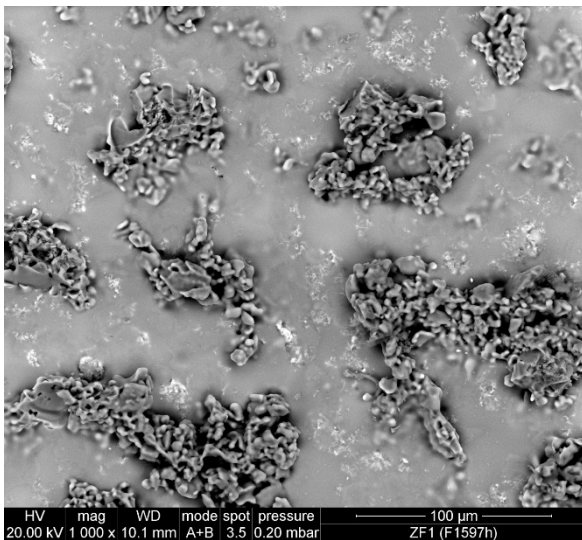
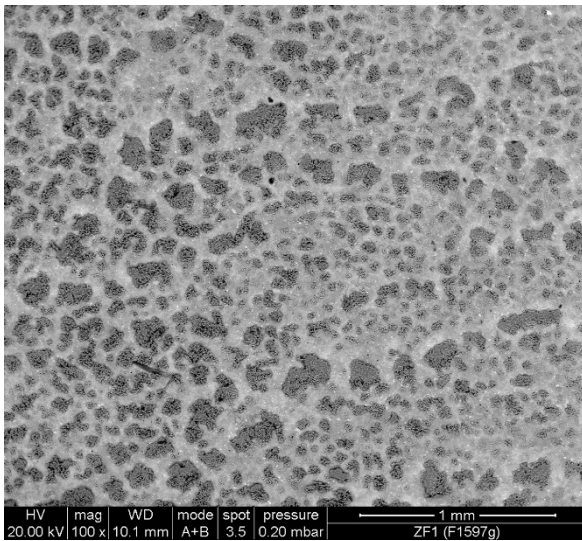


Figura 18 Superficie de la muestra ZF1 al MEB. Análisis EDX global de las zonas oscuras.

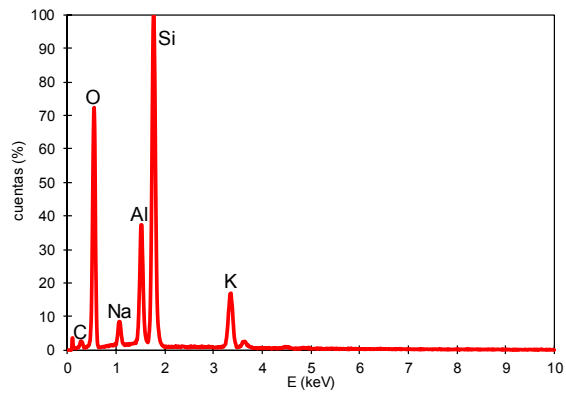
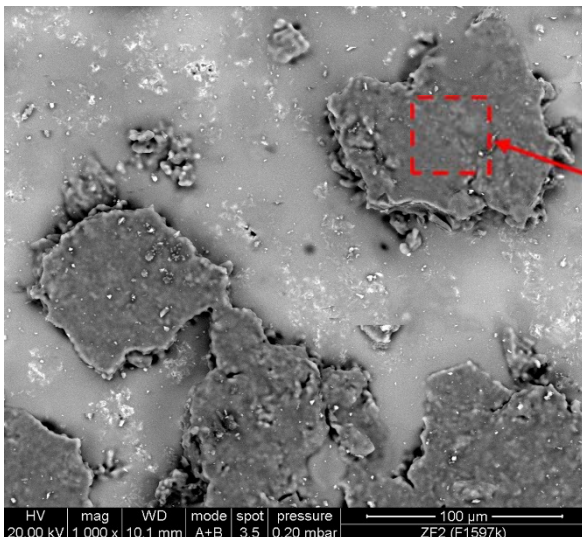
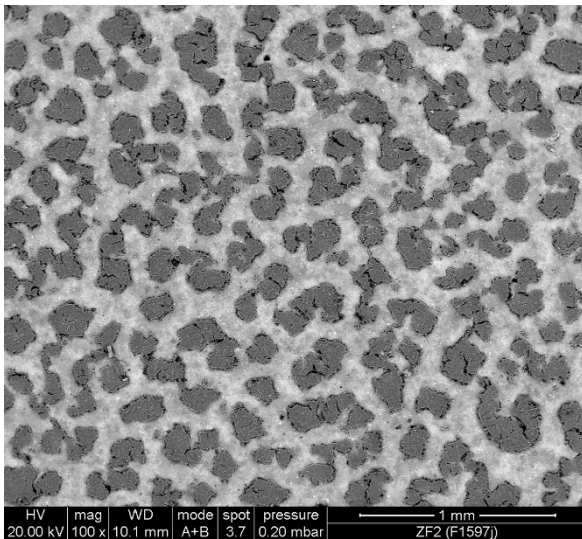


Figura 19 Superficie de la muestra ZF2 al MEB. Análisis EDX global de las zonas oscuras.

En las imágenes obtenidas en el MEB se observan unas zonas más oscuras que corresponden a las zeolitas aplicadas, lo cual se confirma con el análisis por EDX. De acuerdo a las imágenes correspondientes se puede ver una aplicación homogénea del principio activo sobre las superficies, aunque debido a la baja concentración de Ag y de Cu, éstos no han podido ser identificados en ninguna de las cuatro piezas analizadas.

### **3. CARACTERIZACIÓN MACROSCÓPICA DE RECUBRIMIENTOS.**

#### **ESTUDIO PROLIFERACIÓN BACTERIANA.**

En esta tarea se han llevado a cabo los ensayos de eficacia antimicrobiana de una selección de los distintos sustratos desarrollados en el presente proyecto. En función de la naturaleza de las probetas se ha empleado la norma ASTM E2180-07 y la norma JIS L 1902. La primera de las normas va dirigida al ensayo de la actividad microbiana de materiales poliméricos o hidrofóbicos. En la segunda se evalúa la eficacia antimicrobiana de materiales textiles.

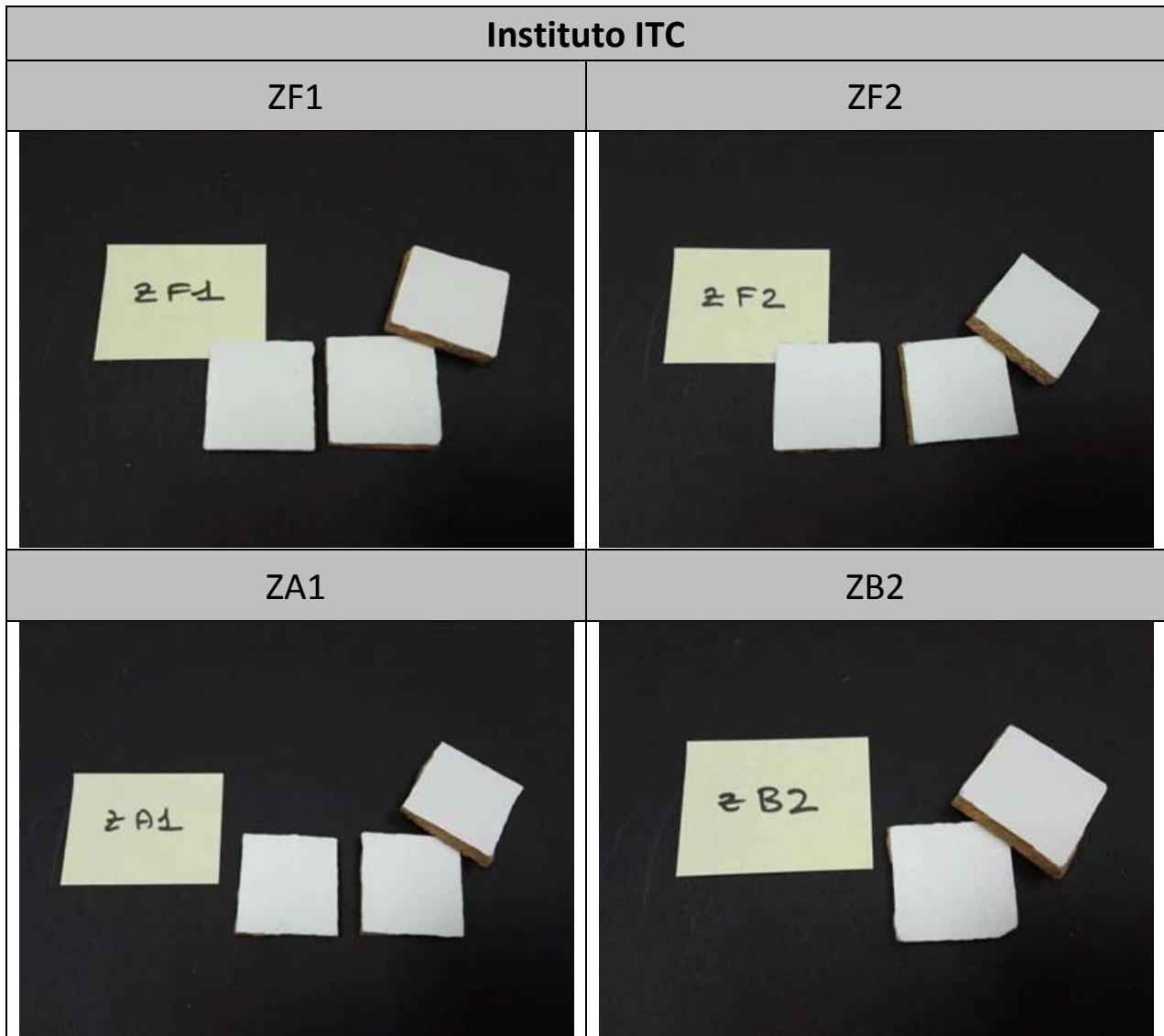
#### **Ensayos realizados según la norma ASTM E2180-07**

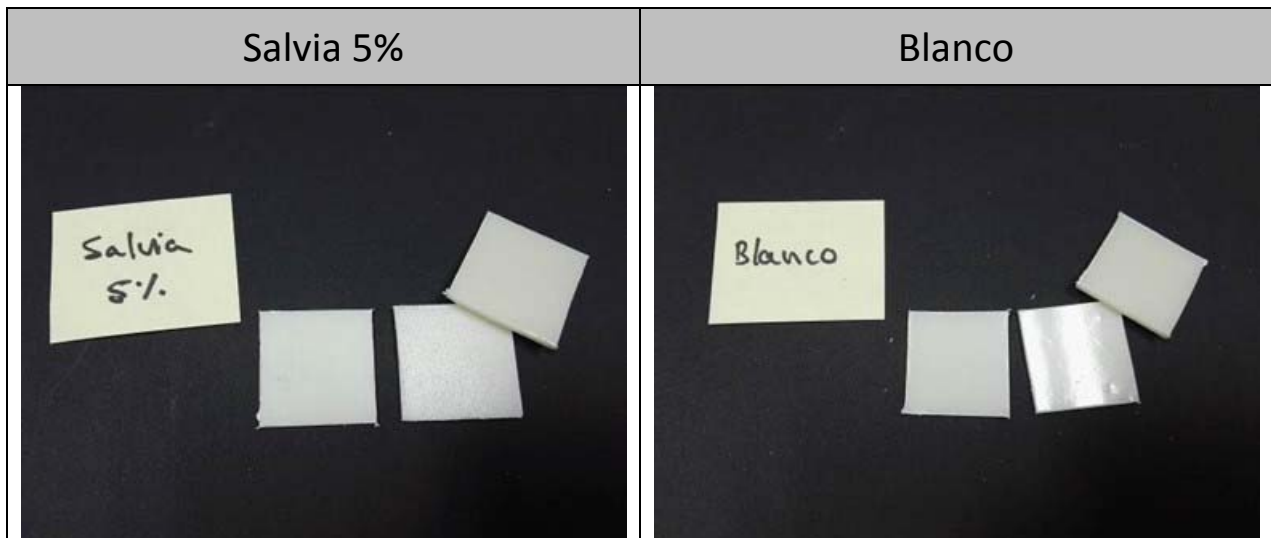
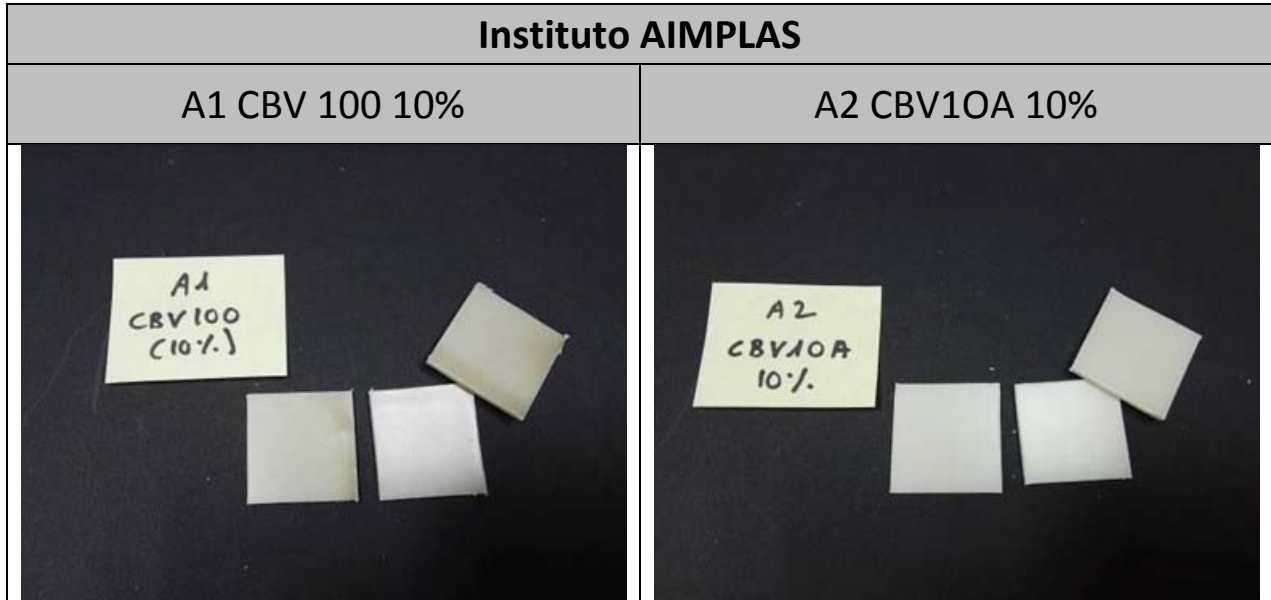
##### **Muestras de ensayo**

Se llevan a cabo los ensayos de eficacia antimicrobiana en los siguientes sustratos:

<b>Instituto Tecnológico</b>	<b>Muestras de ensayo</b>	<b>Descripción</b>
<b>ITC</b>	ZF1	Material cerámico con nanozeolitas de Ag
	ZF2	Material cerámico con nanozeolitas de Ag
	ZA1	Material cerámico con zeolitas de Ag
	ZB2	Material cerámico con zeolitas de Ag
	Blanco	Material cerámico
<b>AIMPLAS</b>	A1 CBV 100 10%	Material plástico con zeolitas de Ag
	A2 CBV10A 10%	Material plástico con zeolitas de Ag
	Salvia 5%	Material plástico con cápsulas de salvia
	Blanco	Material plástico
<b>AIDIMA</b>	ZeA1 MEL-1	Tablero de haya melaminizado con zeolitas de Ag
	Ze B1 MEL-1	Tablero de haya melaminizado con zeolitas de Ag
	Sal MEL-2	Tablero de haya melaminizado con cápsulas de salvia

	Blanco	Tablero de haya melaminizado barnizado
<b>AIMME</b>	B2	Material metálico con zeolitas de Ag
	E2	Material metálico con nanozeolitas de Cu
	E1	Material metálico con nanozeolitas de Ag
	D1	Material metálico con zeolitas de Cu
	Blanco	Material metálico
<b>AITEX</b>	C1-CBV 10A 1:1 Cu	Zeolitas de cobre
	A2-CBV 10A 1:1 Ag	Zeolitas de plata





**Instituto AIDIME**

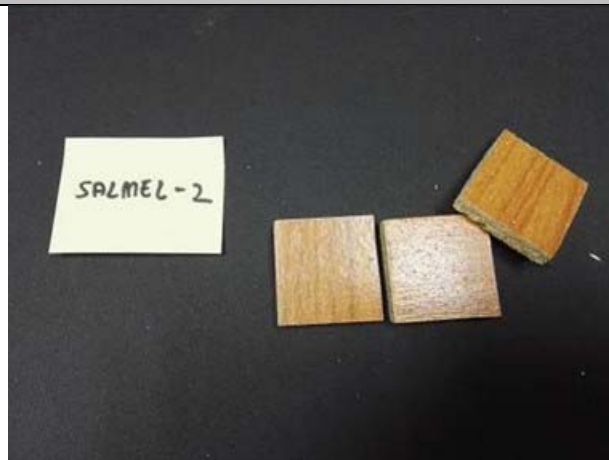
**ZeA1 MEL-1**



**Ze B1 MEL-1**

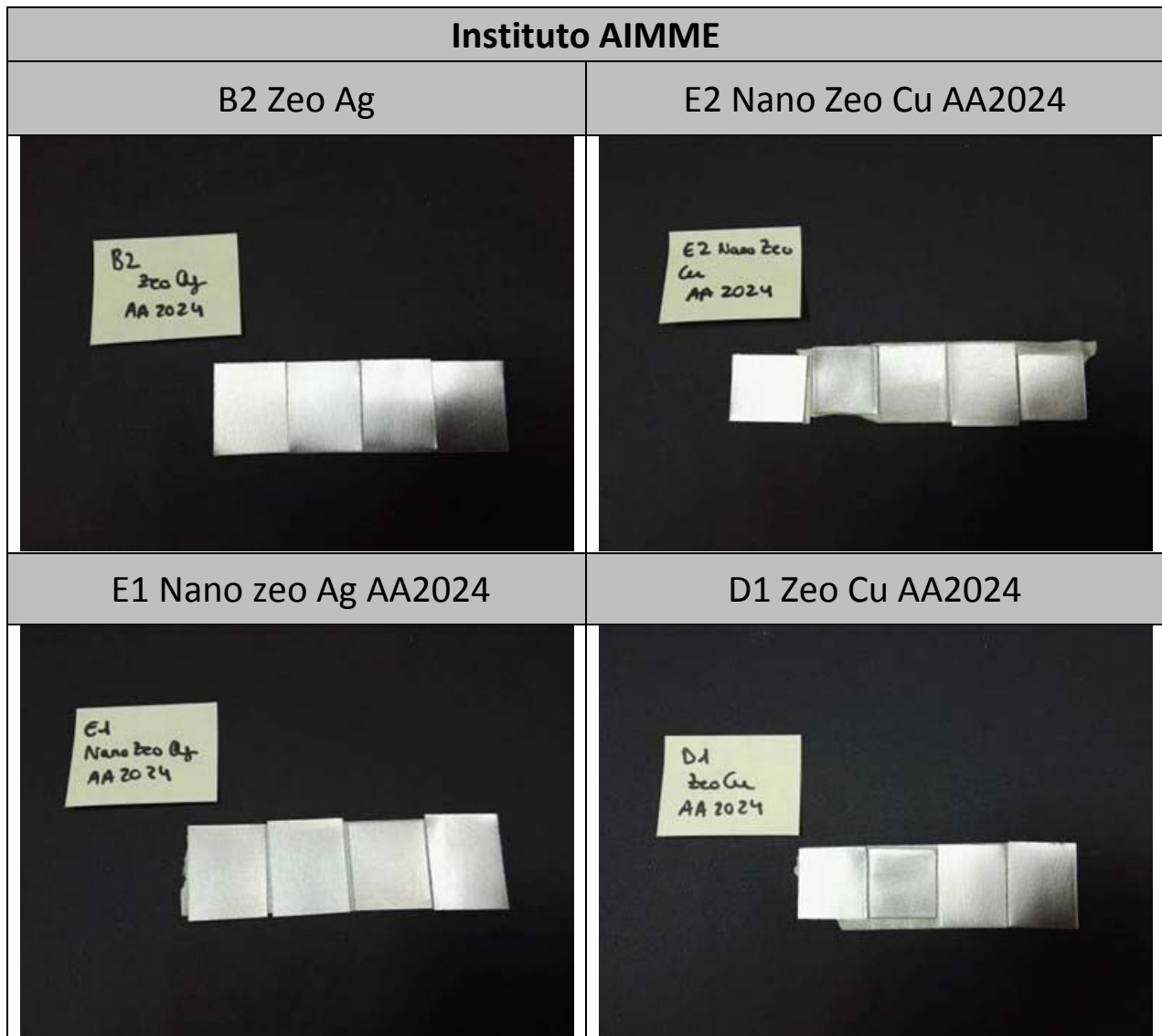


**SAL MEL-2**



**Blanco**





## Adecuación del método de ensayo a norma

El método de ensayo realizado coincide con lo indicado en la siguiente norma:

► ASTM E2180-07 “Standard test method for determining the activity of incorporated antimicrobial agent(s) in polymeric or hydrophobic materials”

## Microorganismos ensayados

Se lleva a cabo la determinación de la actividad antibacteriana de las muestras de ensayo frente al microorganismo:

- Bacteria Gram-negativa: *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 13388

Los cultivos Stock son proporcionados por la CECT (Colección Española de Cultivos Tipo). Una vez activados los liófilos, las cepas son mantenidas en tubos inclinados con medio TSA a 4°C.

## Procedimiento

El procedimiento de ensayo se lleva a cabo para evaluar la actividad de los agentes antimicrobianos incorporados a materiales poliméricos o hidrófobos. El método se basa en la inoculación de determinados microorganismos mediante agar blando sobre la superficie de ensayo.

La determinación de la actividad antimicrobiana se lleva a cabo mediante la determinación de la reducción logarítmica de una suspensión microbiológica puesta en contacto sobre la superficie de ensayo, tomando como referencia el mismo soporte sin agentes antimicrobianos tras un determinado tiempo de incubación.

### Preparación de las muestras

Las muestras de ensayo y de control negativo se cortaron bajo las dimensiones de (3 x 3) cm<sup>2</sup>. Se ensayaron tres réplicas por cada cepa bacteriana para llevar a cabo el análisis del contenido bacteriano a t=0h y a t=24h.

Las probetas fueron esterilizadas mediante una solución de etanol al 70%, dejando secar al final. Se guardaron en placas Petri estériles.

### Preparación de la suspensión bacteriana de ensayo

Cada cepa se cultivó en medio TSA a 37°C durante 24h. A partir de este cultivo se obtuvo una suspensión de bacteriana de  $1-5 \times 10^{10}$  ufc/ml mediante agua de triptona (Fig 16). Posteriormente se añadió 1 ml de esta suspensión a 100 ml de agar blando equilibrado a 45°C para alcanzar una concentración de  $1-5 \times 10^8$  ufc/ml (Fig 17)



*Fig. 16. Preparación de diluciones a partir del cultivo bacteriano de trabajo para conocer su concentración*



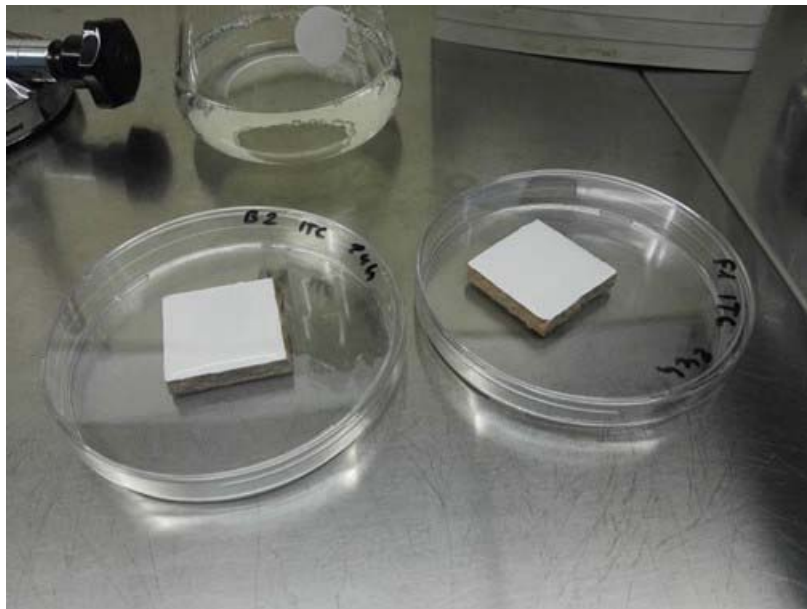
*Fig.17. Preparación de la dilución bacteriana de trabajo con el fin de inocular las probetas de ensayo*

Inoculación de las muestras de ensayo

La superficie de las probetas de ensayo fue inoculada con 1 ml de la suspensión bacteriana de ensayo tratando que la capa de agar blando no superara 1 mm de grosor (Img. 18-19).

Tras la inoculación (t=0h) de los controles negativos fueron procesados mediante agitación vigorosa durante 2 min con 50 ml de neutralizante para la recuperación de las células bacterianas. Se tomó 1 ml de esta suspensión y se diluyó de forma seriada con neutralizante para llevar a cabo un recuento de las ufc en medio TSA. Las placas se incubaron a 37°C durante 48h (Fig 20).

El resto de probetas de ensayo y controles negativos se incubaron a 37°C durante 24 h (t=24h) para ser posteriormente procesadas de la forma antes descrita.



*Fig.18. Probetas inculadas con 1 ml de agar blando inoculado*



*Fig.19. Muestra de las probetas de ensayo inoculadas*



*Fig.20. Placas de siembra de las diferentes diluciones del lavado de las probetas inoculadas*

## Obtención de los resultados

Los resultados se expresan a través de las siguientes ecuaciones:

-  $\text{Media geométrica} = (\text{Log R1} + \text{Log R2} + \text{Log R3}) / 3$

*R: ufc recuperadas tras el período de incubación*

-  $R (\%) = [(N_u - N_a) / N_u] \times 100$

*N<sub>u</sub>: antilogaritmo de la media geométrica de los microorganismos recuperados tras el período de incubación en las muestras no tratadas (control negativo)*

*N<sub>a</sub>: antilogaritmo de la media geométrica de los microorganismos recuperados tras el período de incubación en las muestras tratadas*

-  $R = [\log (B/A) - \log (C/A)]$

*R: valor actividad antimicrobiana*

*A: media del número de ufc inmediatamente después (t=0h) de la inoculación de las muestras control negativo*

*B: media del número de ufc de las muestras control negativo tras 24 h incubación*

*C: media del número de ufc de las muestras de ensayo tras 24 h incubación*

*Se considera que un valor de  $R \geq 2$  demuestra una correcta actividad antimicrobiana*

## Resultados

ITC									
Muestra		t (h)	Promedio	Lmax	Lmin	Media geométrica	Validación*	R	% Reducción
ZF1	Control	0	4,25E+08	8,65	8,60	8,63	0,1	0,3	54,6
		24	5,10E+08	8,72	8,69	8,71	0,1		
	Material	24	2,31E+08	8,43	8,28	8,36	0,1		
ZF2	Control	0	4,50E+08	8,77	8,55	8,64	0,1	0	0
		24	4,70E+08	8,72	8,60	8,67	0,1		
	Material	24	5,31E+08	8,77	8,68	8,72	0,1		
ZA1	Control	0	4,30E+08	8,65	8,61	8,63	0,1	0	0
		24	3,84E+08	8,60	8,56	8,58	0,1		
	Material	24	5,81E+08	8,80	8,71	8,76	0,1		
ZB2	Control	0	4,23E+08	8,70	8,58	8,62	0,1	0,3	48
		24	4,10E+08	8,63	8,60	8,61	0,1		
	Material	24	2,13E+08	8,36	8,30	8,33	0,1		

\*Parámetro de validación del ensayo. Queda validado cuando el valor resultante es  $\leq 2$

AIMPLAS									
Muestra		t (h)	Promedio	Lmax	Lmin	Media geométrica	Validación*	R	% Reducción
A1 CBV 100 10%	Control	0	4,63E+08	8,69	8,64	8,67	0,1	$\geq 2$	100
		24	4,60E+08	8,69	8,63	8,66	0,1		
	Material	24	0,00E+00	-	-	-	-		
A2 CBV10A 10%	Control	0	4,41E+08	8,65	8,63	8,64	0,1	$\geq 2$	100
		24	4,30E+08	8,68	8,60	8,63	0,1		
	Material	24	0,00E+00	-	-	-	-		
Salvia 5%	Control	0	3,97E+08	8,62	8,57	8,60	0,1	0,2	35,9
		24	4,00E+08	8,60	8,60	8,60	0,1		
	Material	24	2,56E+08	8,46	8,35	8,41	0,1		

\*Parámetro de validación del ensayo. Queda validado cuando el valor resultante es  $\leq 2$

<b>AIDIMA</b>									
Muestra		t (h)	Promedio	Lmax	Lmin	Media geométrica	Validación*	R	% Reducción
ZeA1 MEL-1	Control	0	3,91E+00	0,61	0,56	0,59	0,1	≥2	100
		24	4,33E+00	0,67	0,61	0,64	0,1		
	Material	24	0,00E+00	-	-	-	-		
Ze B1 MEL-1	Control	0	4,26E+08	8,63	8,63	8,63	0,1	≥2	100
		24	4,05E+08	8,61	8,60	8,61	0,1		
	Material	24	0,00E+00	-	-	-	-		
Sal MEL-2	Control	0	3,78E+08	8,59	8,57	8,58	0,1	0	2,6
		24	3,08E+08	8,51	8,47	8,49	0,1		
	Material	24	3,00E+08	8,51	8,46	8,48	0,1		

\*Parámetro de validación del ensayo. Queda validado cuando el valor resultante es  $\leq 2$

<b>AIMME</b>									
Muestra		t (h)	Promedio	Lmax	Lmin	Media geométrica	Validación*	R	% Reducción
B2	Control	0	4,39E+08	8,66	8,63	8,64	0,1	≥2	100
		24	4,40E+08	8,71	8,60	8,64	0,1		
	Material	24	0,00E+00	-	-	-	-		
E2	Control	0	4,51E+08	8,67	8,63	8,65	0,1	0,6	77,2
		24	4,40E+08	8,65	8,62	8,64	0,1		
	Material	24	1,00E+08	8,00	8,00	8,00	0,1		
E1	Control	0	4,90E+08	8,70	8,67	8,69	0,1	≥2	100
		24	4,40E+08	8,65	8,64	8,64	0,1		
	Material	24	0,00E+00	-	-	-	-		
D1	Control	0	4,10E+08	8,62	8,60	8,61	0,1	0,3	52,3
		24	4,40E+08	8,67	8,59	8,64	0,1		
	Material	24	2,10E+08	8,36	8,30	8,32	0,1		

\*Parámetro de validación del ensayo. Queda validado cuando el valor resultante es  $\leq 2$

### **Conclusiones de los ensayos realizados según la norma ASTM E2180-07**

Las muestras de material **plástico A1 CBV 100 10%** y **A2 CBV10A 10%**, las muestras de **tablero melaminizado de haya ZeA1 MEL-1** y **Ze B1 MEL-1**, y las de **metal B2** y **E1** muestran actividad antibacteriana tras 24 h de tiempo de contacto frente a la especie bacteriana Gram-negativa *Pseudomonas aeruginosa*, pues la reducción de la viabilidad microbiana es del 100%.

Las muestras de material cerámico ZF1 y ZB2 presentan una reducción de la actividad microbiana del 54,6% y 48% pero el factor R no es superior a 2, valor a partir de cual la norma considera que el material presenta eficacia antimicrobiana. La misma situación se da con las muestras de material plástico con Salvia 5% (36%) y con las muestras de metal E2 (77,2%) y D1 (52,3%).

Instituto Tecnológico	Muestras de ensayo	Descripción	Actividad antimicrobiana
ITC	ZF1	Material cerámico con nanozeolitas de Ag	No
	ZF2	Material cerámico con nanozeolitas de Ag	No
	ZA1	Material cerámico con zeolitas de Ag	No
	ZB2	Material cerámico con zeolitas de Ag	No
	Blanco	Material cerámico	No
AIMPLAS	A1 CBV 100 10%	Material plástico con zeolitas de Ag	Sí
	A2 CBV10A 10%	Material plástico con zeolitas de Ag	Sí
	Salvia 5%	Material plástico con cápsulas de salvia	No
	Blanco	Material plástico	No
AIDIMA	ZeA1 MEL-1	Tablero de haya melaminizado con zeolitas de Ag	Sí
	Ze B1 MEL-1	Tablero de haya melaminizado con zeolitas de Ag	Sí
	Sal MEL-2	Tablero de haya melaminizado con cápsulas de salvia	No
	Blanco	Tablero de haya melaminizado barnizado	No
AIMME	B2	Material metálico con zeolitas de Ag	Sí
	E2	Material metálico con nanozeolitas de Cu	No
	E1	Material metálico con nanozeolitas de Ag	Sí
	D1	Material metálico con zeolitas de Cu	No
	Blanco	Material metálico	No

## Ensayos realizados según la norma JIS L 1902. Test cualitativo

### Muestras de ensayo

Las muestras de ensayo de textil están impregnadas con partículas de cobre (Cu) y de plata (Ag), se denominan como C1 CBV10A 1:1 Cu y A2 CBV10A 1:1 Ag, respectivamente (Fig 21).

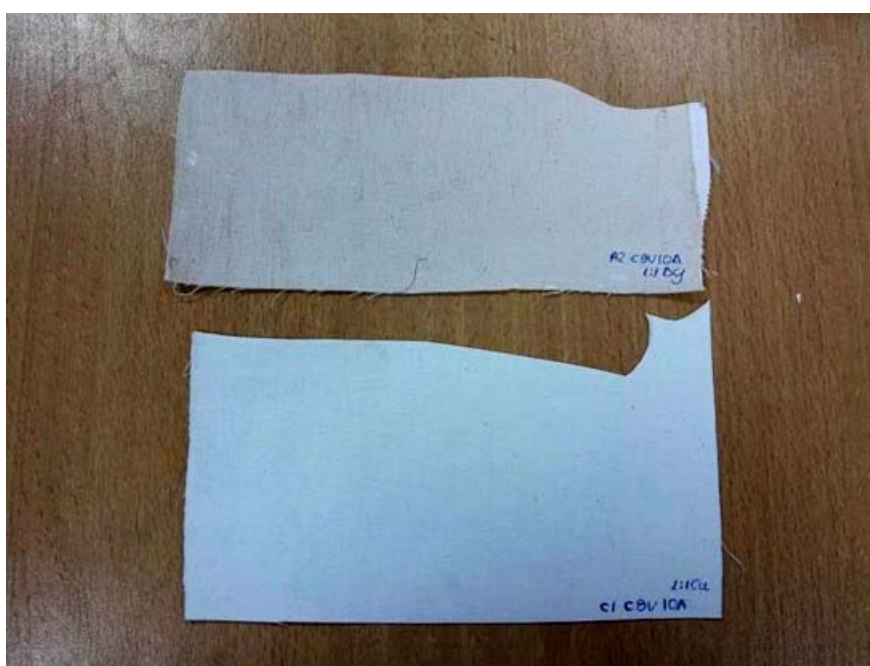


Fig.21. Muestras de textil de ensayo A2 CBV10A 1:1 Ag (muestra superior) y C1 CBV10A 1:1 Cu (muestra inferior)

Instituto Tecnológico	Muestras de ensayo	Descripción
AITEX	C1-CBV 10A 1:1 Cu	Zeolitas de cobre
	A2-CBV 10A 1:1 Ag	Zeolitas de plata

### Adecuación del ensayo a norma

El método de ensayo realizado coincide con lo indicado en la siguiente norma:

- ▶ JIS L 1902 “Testing of antibacterial activity and efficacy on textile products” Apartado 9: Ensayo cualitativo (método del halo)

## Procedimiento

### Preparación de las probetas

Las muestras de textil se cortan en probetas de forma circular de 28 mm de diámetro. Cada probeta es envuelta en papel de aluminio, se introducen en placas Petri y se esterilizan en autoclave a 120°C durante 20 minutos (Fig 22).

Como control se emplean discos de filtro estériles inoculados con 20 µl de una solución biocida de ProClin 150.



*Fig.22. Probetas de textil de ensayo esterilizadas*

### Preparación del medio de cultivo

Se prepara en diferentes Erlenmeyer 100 ml de medio TSA (Tryptona Soja Agar) que se esterilizan en autoclave a 120°C durante 15 minutos. Una vez esterilizados se equilibran en un baño de agua a 45°C. Posteriormente se añade un inóculo de  $4,3 \times 10^8$  ufc/ml de la cepa ATCC 13388 de la bacteria Gram-negativa *Pseudomonas aeruginosa* preparada previamente. Se agita vigorosamente y se vierte en placas Petri estériles. Se dejan a temperatura ambiente para que el medio gelifique. Una vez preparadas se les da la vuelta, se abren un poco y se dejan secar en el interior de la cámara de flujo para eliminar el exceso de agua condensada.

### Colocación de las probetas de ensayo

Mediante unas pinzas metálicas esterilizadas en llama, las probetas de ensayo estériles se colocan en el centro de los medios de cultivo inoculados. Se asegura de que toda la probeta quede bien adherida al medio de cultivo. Parte de las probetas se ponen en contacto con el medio inoculado

por la parte donde está presente la cola (cara inferior), el resto de probetas se ponen en contacto por la parte contraria (cara superior). El objetivo es evaluar si existen diferencias de comportamiento entre las dos caras de las probetas.

### Tiempo de incubación

El conjunto de las placas Petri se incuban boca abajo a 37°C entre 24-48h

### Control actividad bacteriana

Únicamente el ensayo queda validado si tras el período de incubación se observa crecimiento bacteriano.

### Tratamiento de los resultados

Cuando el período de incubación finaliza se miden los valores T y D que se toman del halo de inhibición que se crea alrededor de la probeta de ensayo. Se obtiene el valor W que permite la comparación entre muestras biocidas.

W: ancho del halo (mm)

T: suma de la longitud de la probeta y del ancho del halo (cm)

D: Longitud de la probeta de ensayo (mm)

$$W = (T - D) / 2$$

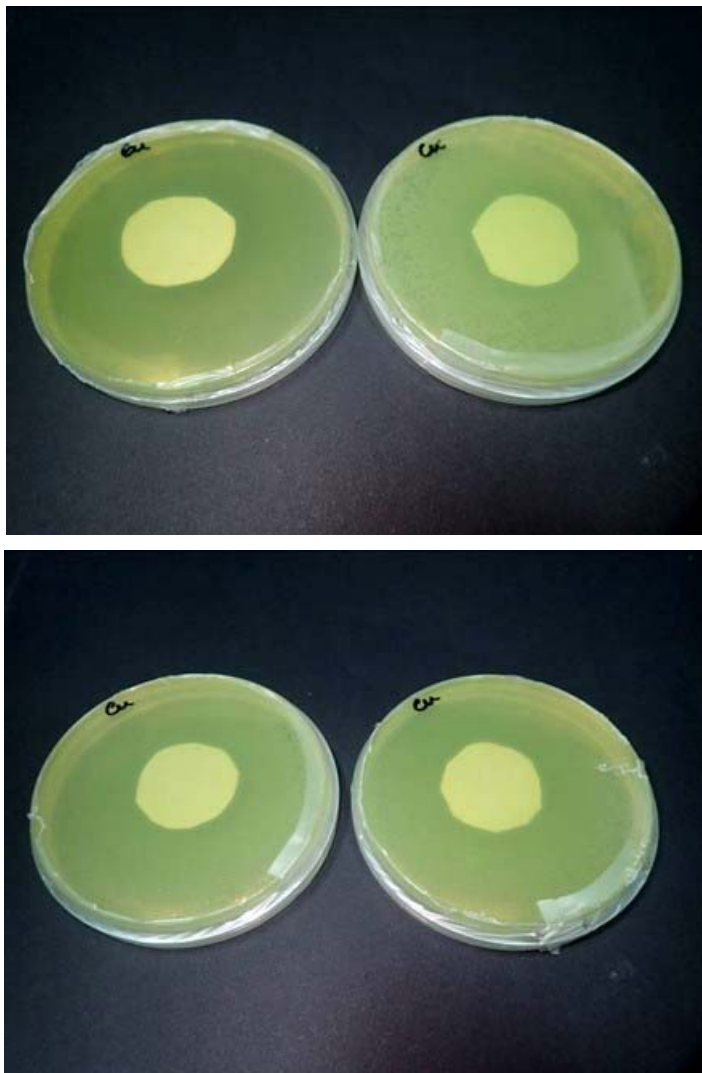
Evaluación de los resultados: la evaluación de la presencia o no de halos alrededor de las probetas de ensayo se llevan a cabo según la siguiente tabla:

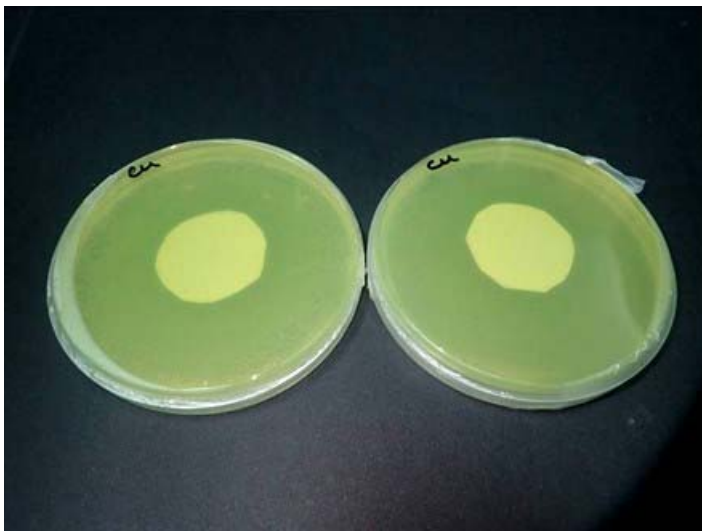
<b>Resultado del ensayo</b>	<b>Presencia de halo</b>
Cuando la media del ancho de los halos > 0	Presente
Cuando la media del ancho de los halos - 0	Ausente

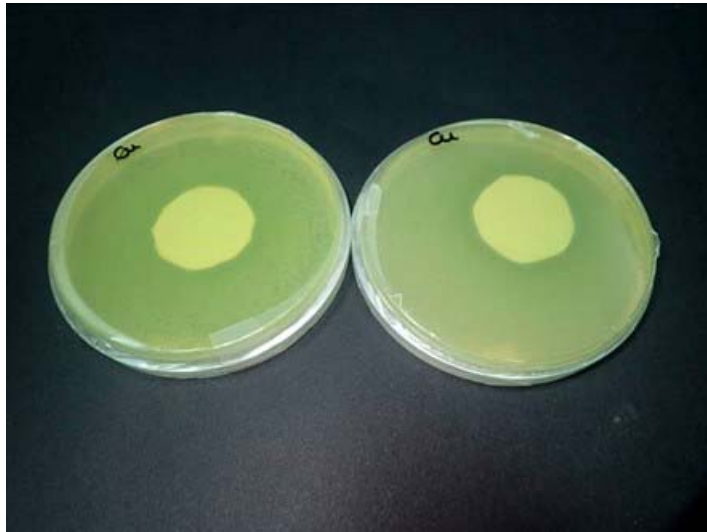
## Resultados

A continuación, se muestran en imágenes los resultados obtenidos tras la incubación de las muestras:

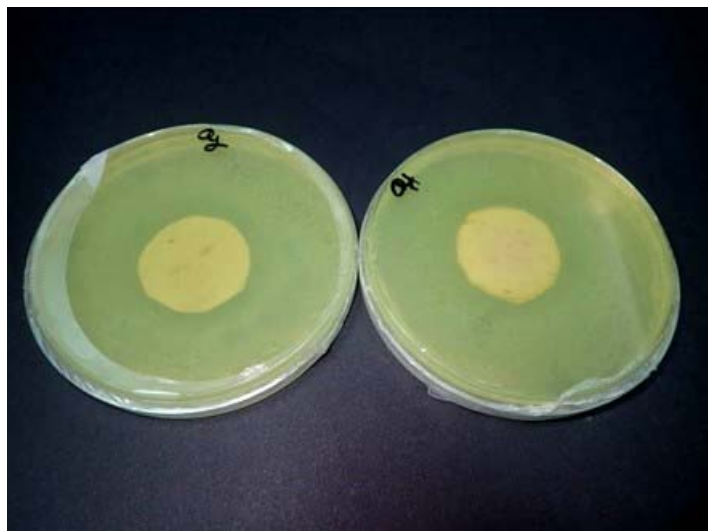
### C1 CBV10A 1:1 Cu



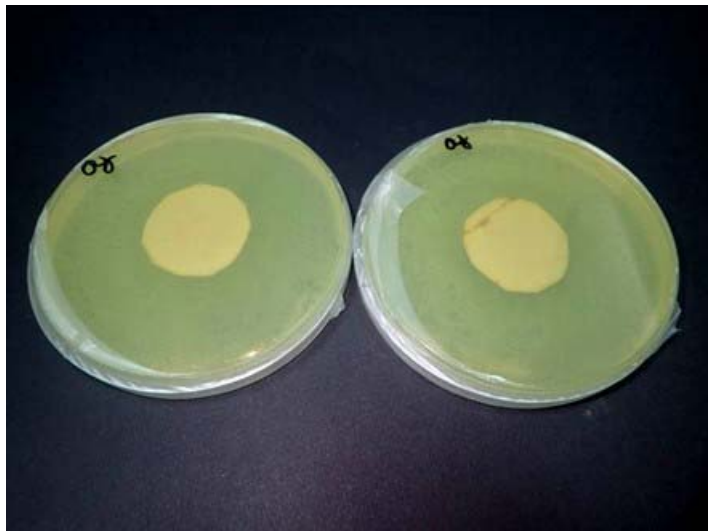




**A2 CBV10A 1:1 Ag**







Control





En las siguientes tablas se detalla la media de los resultados obtenidos para cada tipo de muestra textil, así como para el control positivo.

Muestra	Textil C1 CBV10A 1:1 Cu
Bacteria empleada en el ensayo	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 13388
Concentración bacteriana	$4,4 \times 10^8$
W (cm)	-
Presencia de halos	Inexistente

Muestra	Textil A2 CBV10A 1:1 Ag
Bacteria empleada en el ensayo	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 13388
Concentración bacteriana	$4,4 \times 10^8$
W (cm)	-
Presencia de halos	Inexistente

Muestra	Control positivo (PROCLIN 150)
Bacteria empleada en el ensayo	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 13388
Concentración bacteriana	$4,4 \times 10^8$
Media ancho de los halos (cm)	1,93
Presencia de halos	Existente

### Conclusiones de los ensayos realizados según la norma JIS L 1902. Test cualitativo

La ausencia de halos de inhibición demuestra que los dos textiles ensayados no presentan eficacia biocida frente a la bacteria Gram-negativa *Pseudomonas aeruginosa*.

Instituto Tecnológico	Muestras de ensayo	Descripción	Actividad antimicrobiana
AITEK	C1-CBV 10A 1:1 Cu	Zeolitas de cobre	No
	A2-CBV 10A 1:1 Ag	Zeolitas de plata	No

#### **4. ESTUDIO PROPIEDADES ANTIFOULING.**

Para la experiencia de crecimiento biológico en un ambiente controlado se han preparado diferentes tanques en los que se trata de reproducir en laboratorio un ambiente marino concentrado. Para ello se han considerado los siguientes factores:

- Agua natural del Mediterráneo.
- Contenido alto en microalgas (inóculo de *Tetraselmis Chuii*).
- Contribución externa de aire.
- Preparación adecuada de solución de nutrientes para el crecimiento.

El contenido microbiana y de algas fue controlado. La siguiente figura muestra una fotografía por microscopía óptica de transmisión de una alícuota del agua marina tras un mes de haber sido inoculada con la microalga.



Fig.23. Fotografía por microscopía óptica de concentración de algas en tanques.

Durante el periodo de tratamiento se controla que los baños reciban la suficiente radiación solar, así como el correspondiente alimento para su crecimiento adecuado. Las siguientes fotografías muestran el estado de los baños de fouling durante la realización de los actuales trabajos.





Fig.24. Detalles de los baños de fouling con microalgas.

Se prepararon las muestras y se sumergieron en el baño durante 45 días teniendo siempre en consideración que ambas caras de las muestras rectangulares estuviesen totalmente sumergidas en el agua. Tras el tiempo de inmersión las muestras fueron analizadas visualmente y mediante microscopia electrónica de barrido (SEM) para detectar en el breve espacio de tiempo de exposición la presencia o no de pequeñas estructuras biológicas adheridas a la superficie de las muestras. En las siguientes páginas se analizan algunas de las muestras estudiadas más significativas y que ayudan a la tendencia general observada. En general, las muestras presentan un cierto comportamiento antifouling comparado con los blancos en los que el crecimiento biológico es claramente perceptible a simple vista y con grandes costras a nivel microscópico. Pese a todo, tanto en el caso del grafeno como la sílica fluorada sí que se aprecian indicios de crecimiento biológico.

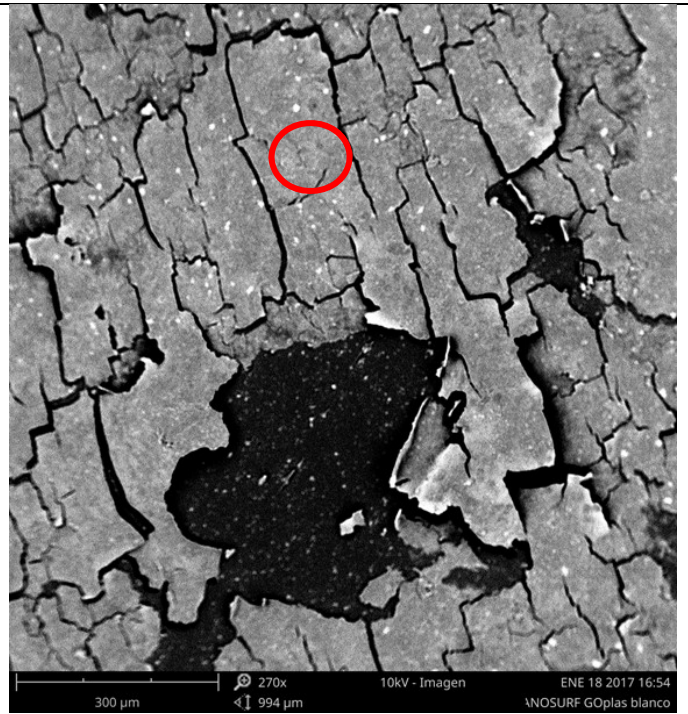
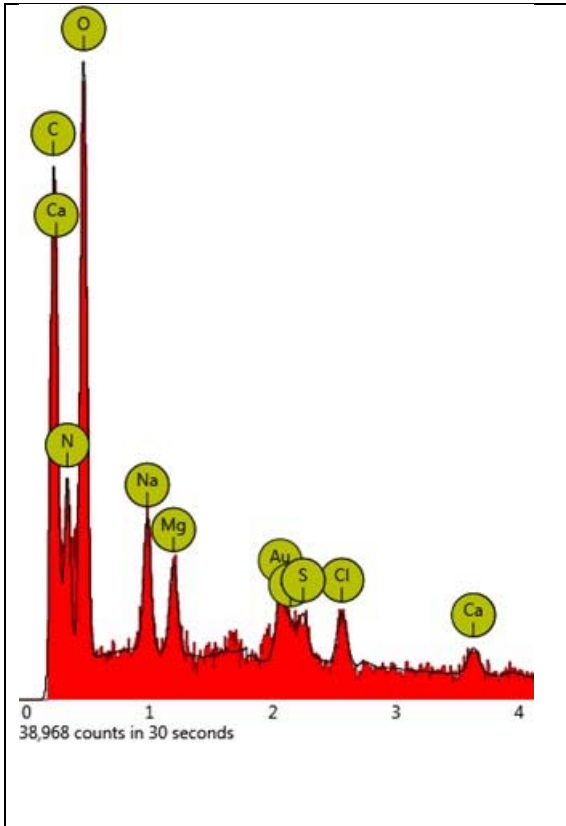
### SUPERFICIES PLÁSTICAS.

Se han estudiado sistemas de sustratos plásticos con recubrimientos basados en barnices acrílicos con dispersión de grafeno oxidado (GO), GO liofilizado en la superficie, y barnices de poliéster con sílica fluorada dispersa a diferentes concentraciones. Los resultados, como tendencia general, muestran que las dispersiones basadas en grafeno presentan menor crecimiento biológico que las basadas en sílicas fluoradas. Dado que ninguno de los recubrimientos presenta propiedades superhidrofóbicas se observa abundante adhesión de cristales de sal (cloruro sódico) procedente del agua de mar. Dichas concentraciones podrían dar lugar a largo plazo a núcleos de crecimiento marino. Las muestras liofilizadas han mostrado escaso poder adherente lo que ha provocado la presencia de huecos y fracturas por la manipulación. Es en estas zonas donde se ha observado un mayor crecimiento biológico, dado que la combinación de rugosidad con la ausencia de recubrimiento las convierten en zonas aptas para el biofilm. Todas estas conclusiones quedan claramente reflejadas en las fotografías de microscopía electrónica de barrido (SEM), algunos de estos resultados se muestran en las siguientes figuras:

#### **ABS Blanco**

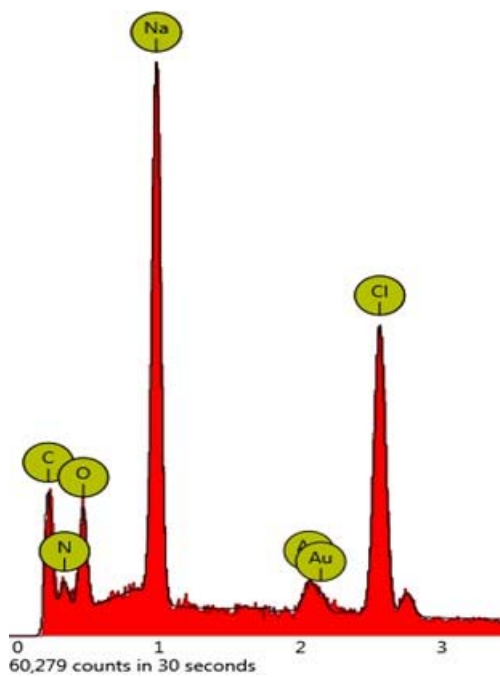
La muestra sin ningún tratamiento aparece llena de incrustaciones biológicas de color verdoso. El SEM muestra igualmente esas costras claramente de origen biológico (análisis elemental con S, N, Mg, N, Ca, etc.)





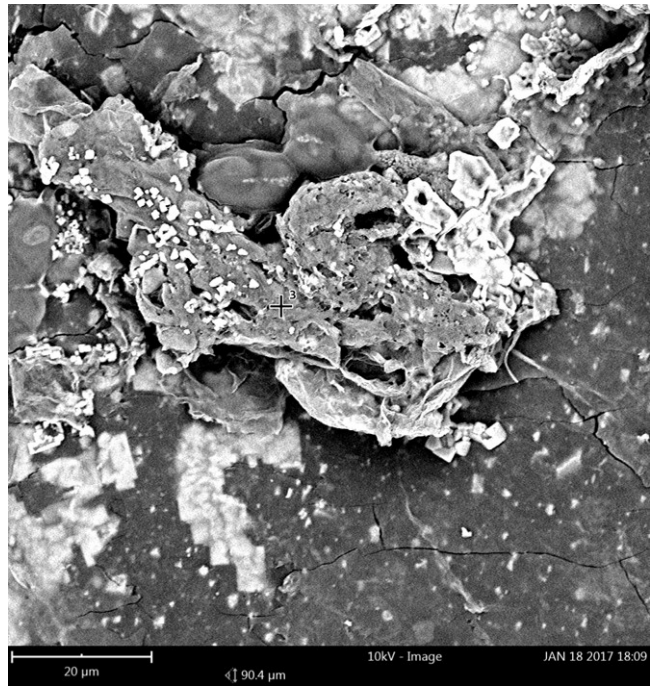
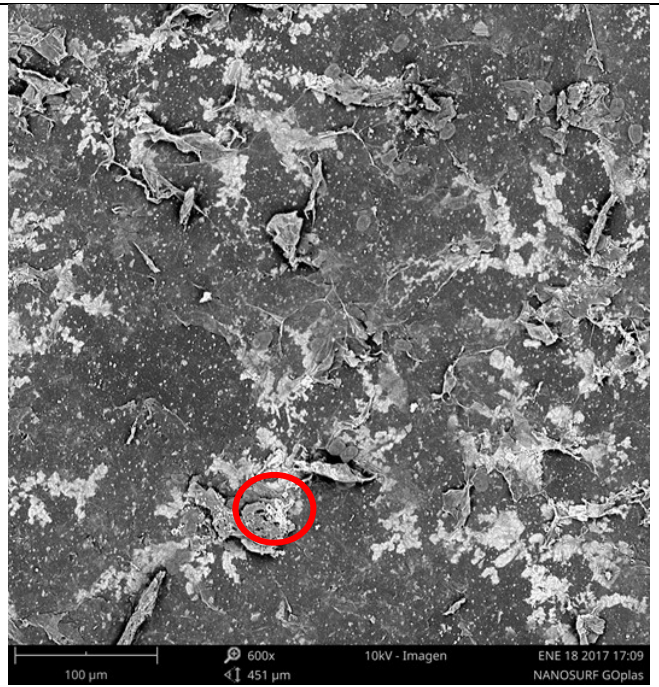
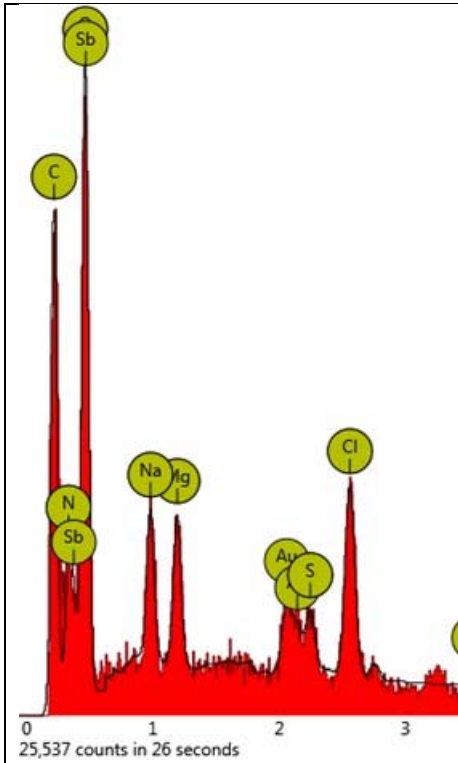
### ABS + GO (acrílico)

La muestra aparece con pocas conformaciones de tipo biológico pero muchas incrustaciones de cristales de sal común (NaCl).



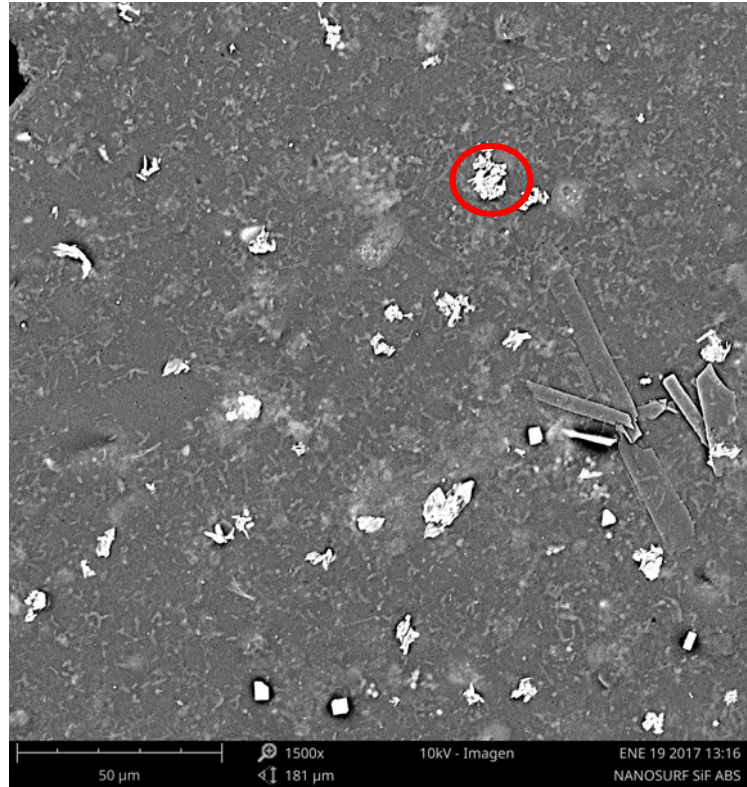
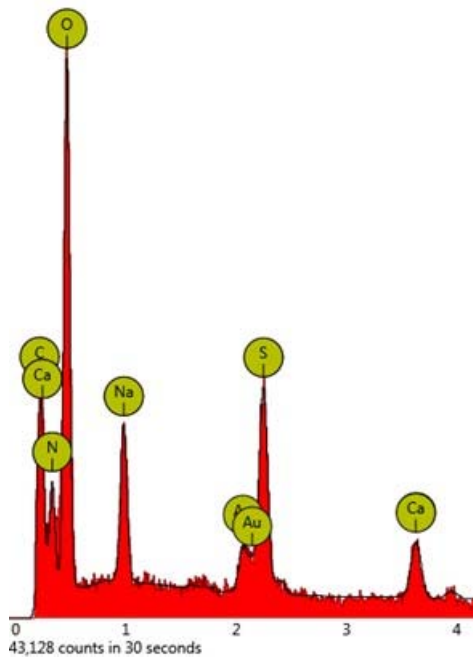
### ABS + GO (liofilizado)

Aparecen crecimientos biológicos en las zonas de rotura del recubrimiento debido a su debilidad y a la manipulación. Las zonas más blanquecinas continúan siendo incrustaciones de sal común.



## ABS + Sílica Fluorada (Si-F)

Aparecen depósitos de sal marina en forma de cristales, así como zonas con estructuras biológicas en constante crecimiento.

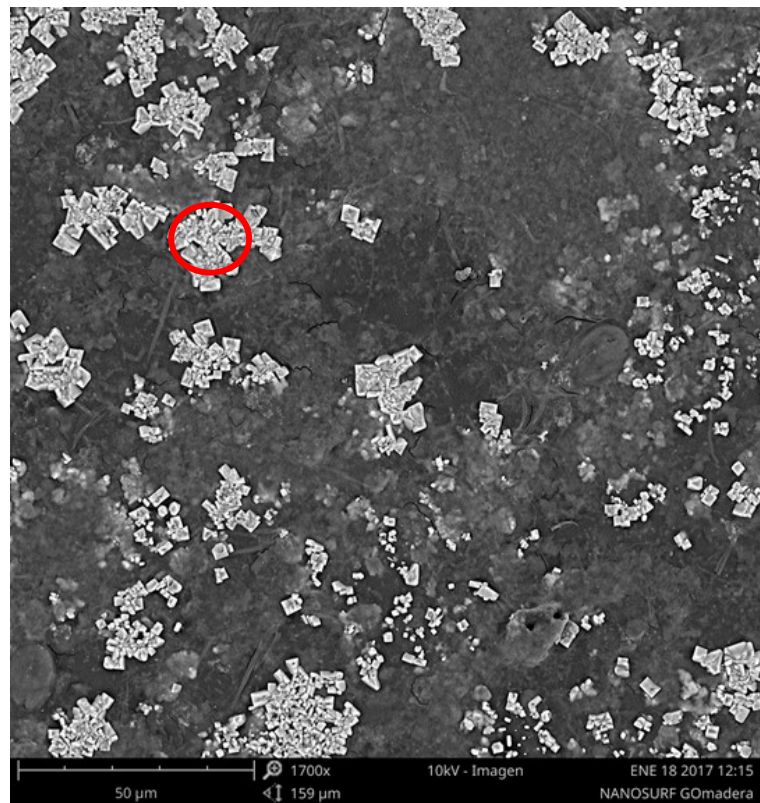
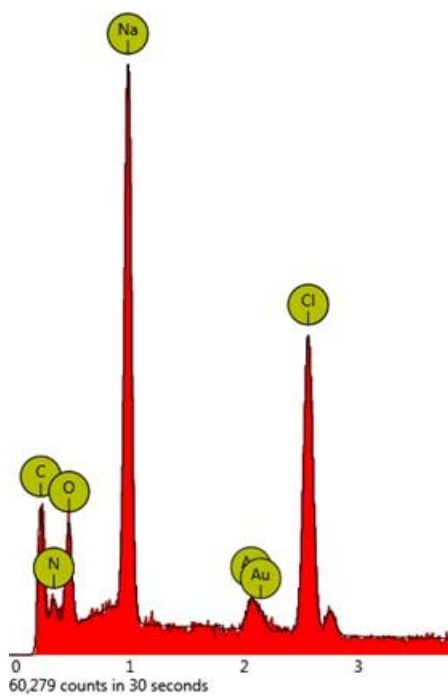


### SUPERFICIES MADERA.

Se han estudiado sistemas de sustratos madera con recubrimientos basados en dispersiones de grafeno oxidado (GO), y sílica fluorada dispersa a diferentes concentraciones. La tendencia general muestra que los recubrimientos con GO aparecen depósitos en forma de cristales de sal común claramente incrustados en la superficie, ya que ésta no es superhidrofóbica. Asimismo, en la muestra con sílica fluorada la tendencia es a aparecer, además de la sal marina, unos pequeños crecimientos biológicos claramente diferenciados.

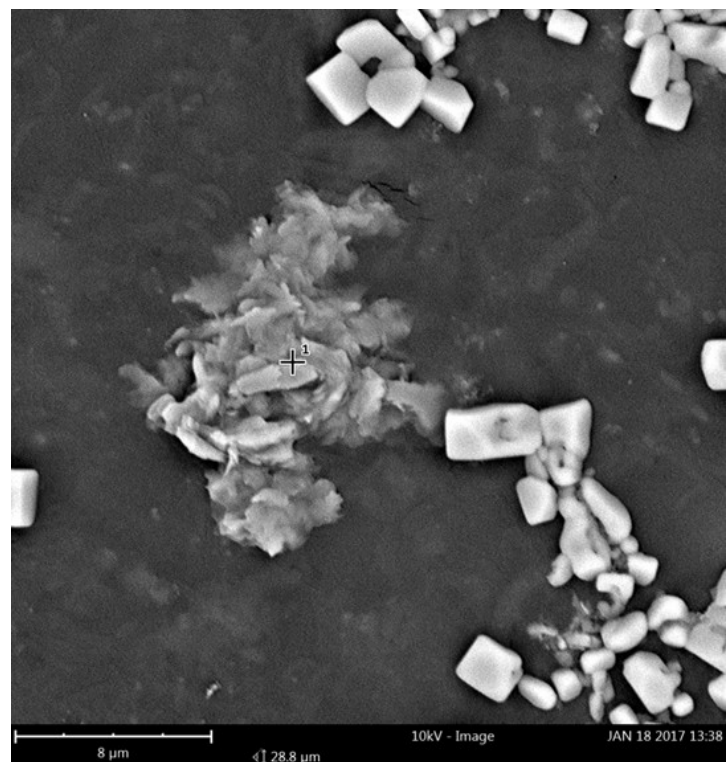
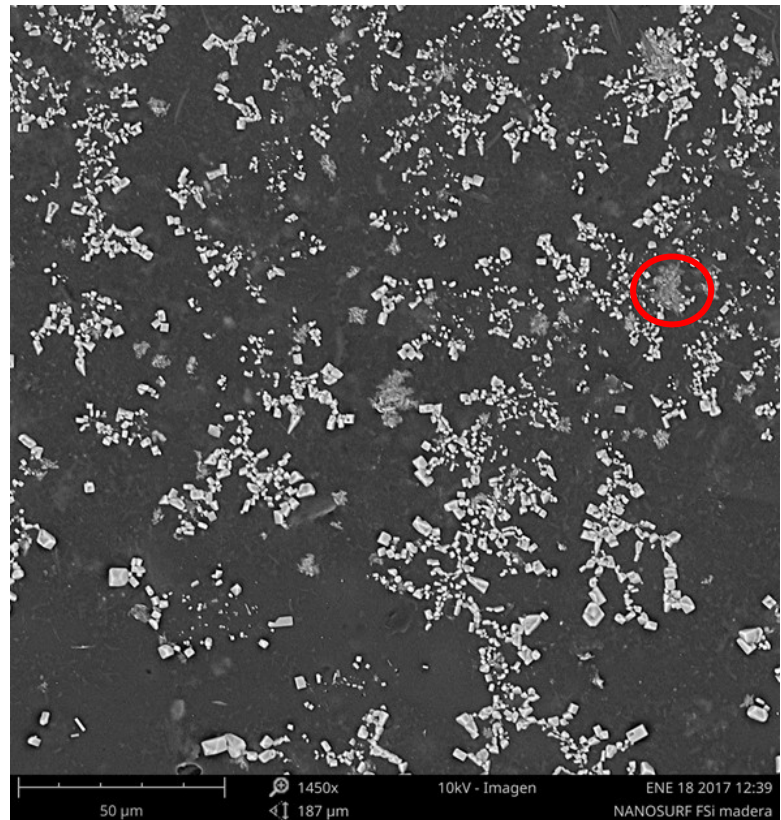
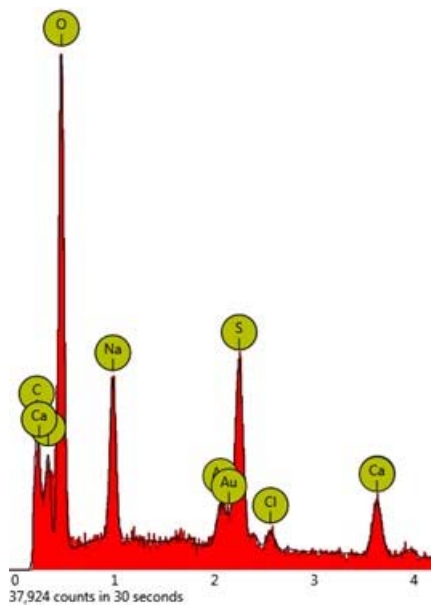
#### **Madera + GO**

Aparece abundancia de depósitos cristalinos de sal marina en la superficie del recubrimiento. No se detectan incrustaciones evidentes de estructuras biológicas. Sin embargo, se observa un parcial hinchamiento y desprendimiento del recubrimiento en determinadas zonas (ver fotografía adjunta).



## Madera + Sílica fluorada (Si-F)

Aparece abundancia de depósitos cristalinos de sal marina en la superficie del recubrimiento, así como la presencia de estructuras biológicas en constante crecimiento distribuidas a lo largo de la superficie.

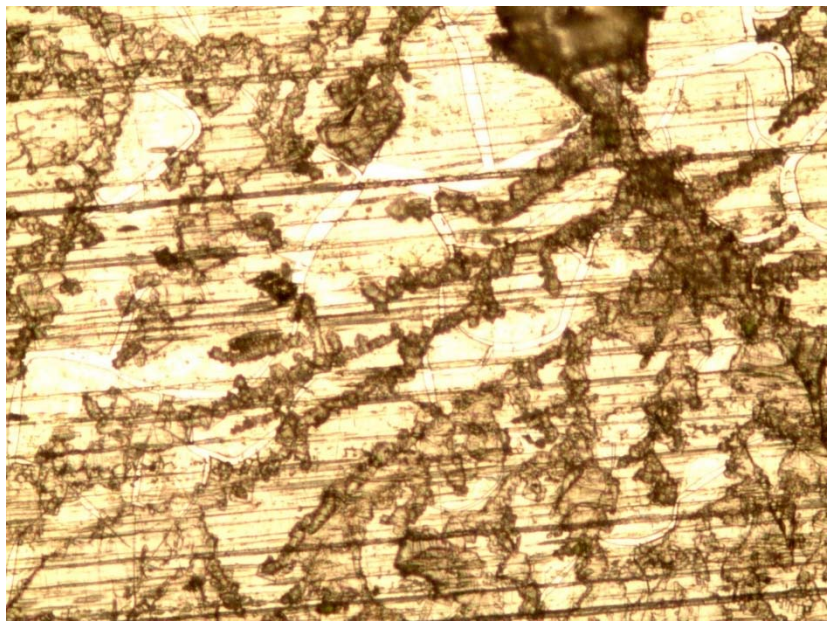


### **SUPERFICIES METÁLICAS.**

Se han estudiado sistemas de sustratos metálicos con recubrimientos basados en dispersiones de grafeno oxidado (GO), y sílica fluorada dispersa a diferentes concentraciones. La tendencia general muestra que los recubrimientos con GO aparecen depósitos en forma de cristales de sal común claramente incrustados en la superficie, ya que ésta no es superhidrofóbica. Los blancos suelen presentar claros principios de crecimiento biológico. Se han realizado estudio de microscopia óptica de reflexión. Algunos ejemplos se muestran en las tablas siguientes:

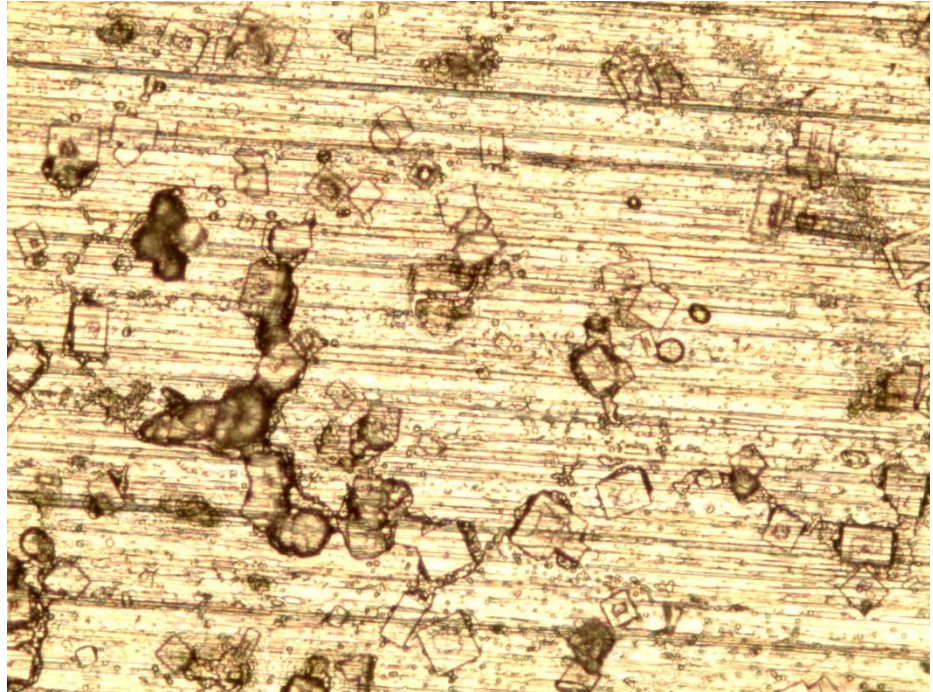
#### **Acero SS Blanco**

Aparece abundancia de depósitos cristalinos de sal marina en la superficie del blanco sol-gel sin recubrimiento. Se observan asimismo incrustaciones evidentes de estructuras biológicas (ver fotografía adjunta).



### **Acero SS + GO**

Aparece abundancia de depósitos cristalinos de sal marina en la superficie del recubrimiento sol-gel con GO. Se observa crecimiento biológico pero a menor nivel que el blanco.

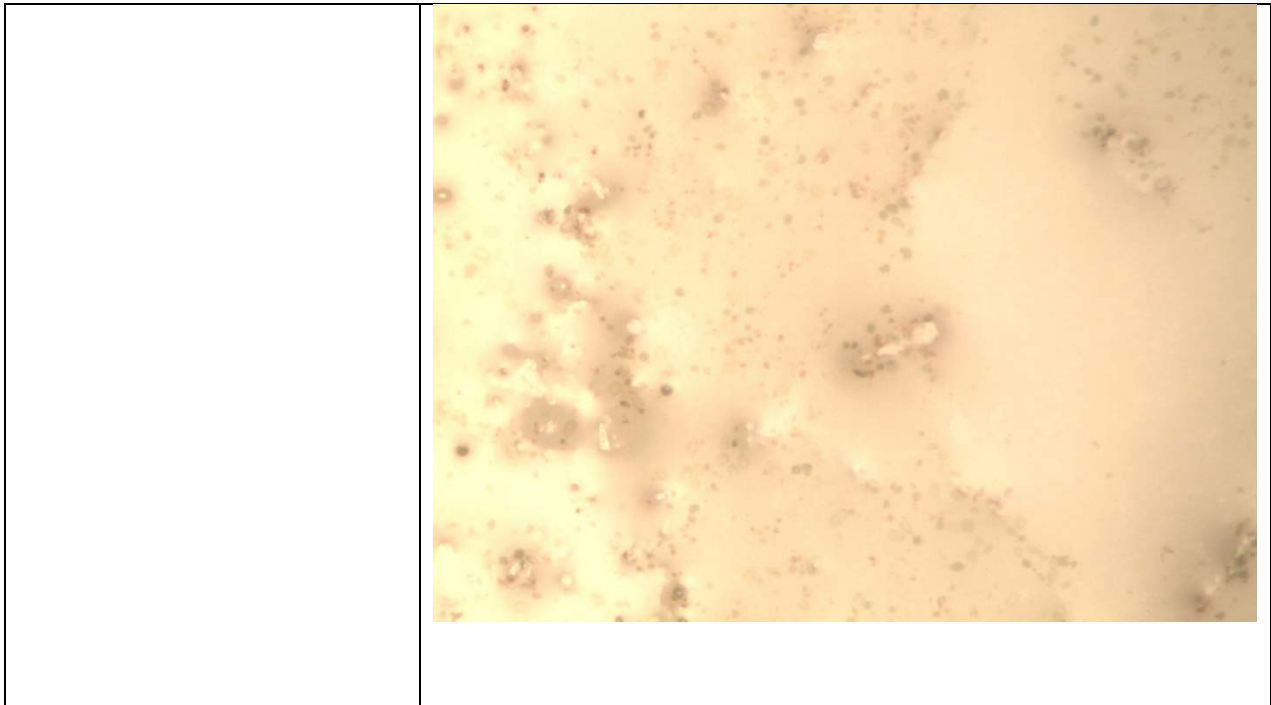


### *SUPERFICIES CERÁMICAS.*

Se han estudiado sistemas de sustratos cerámicos con recubrimientos basados en dispersiones de grafeno oxidado (GO), y sílica fluorada a diferentes concentraciones. Los resultados en general, salvo matices, son bastante negativos. Se observa una tendencia general a producirse grandes depósitos de algas en la superficie de las cerámicas tratadas. Las siguientes tablas muestran algunos de los resultados obtenidos.

### **Blanco Brillo y Mate**

En el blanco brillo apenas se observan crecimientos biológicos, mientras que en el mate sí que aparecen pequeñas estructuras que corresponden claramente a las microalgas. La concentración no es muy elevada (ver fotografía adjunta).

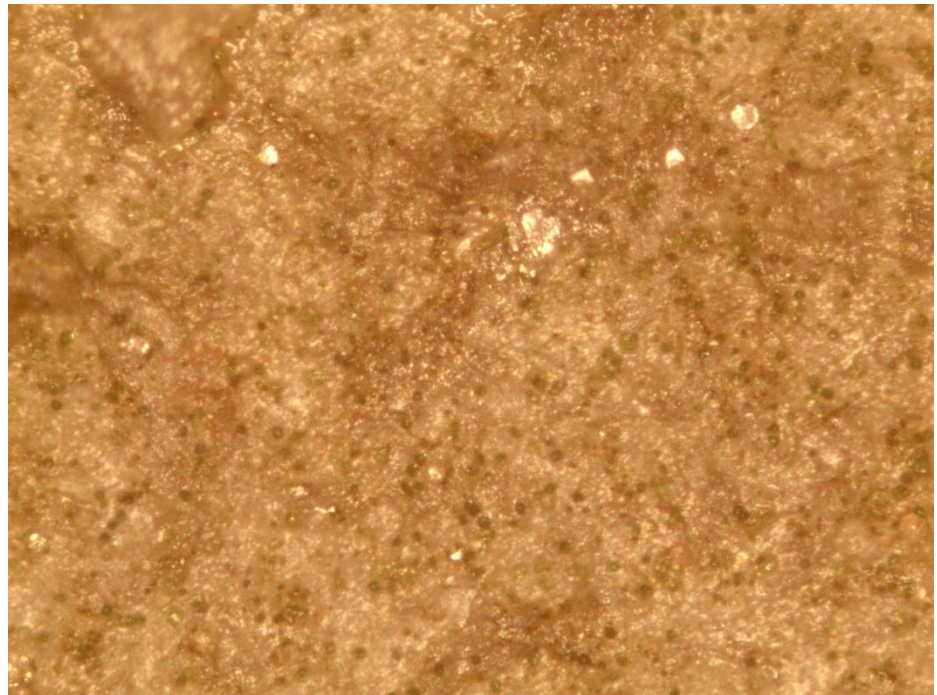


### **Cerámica con GO**

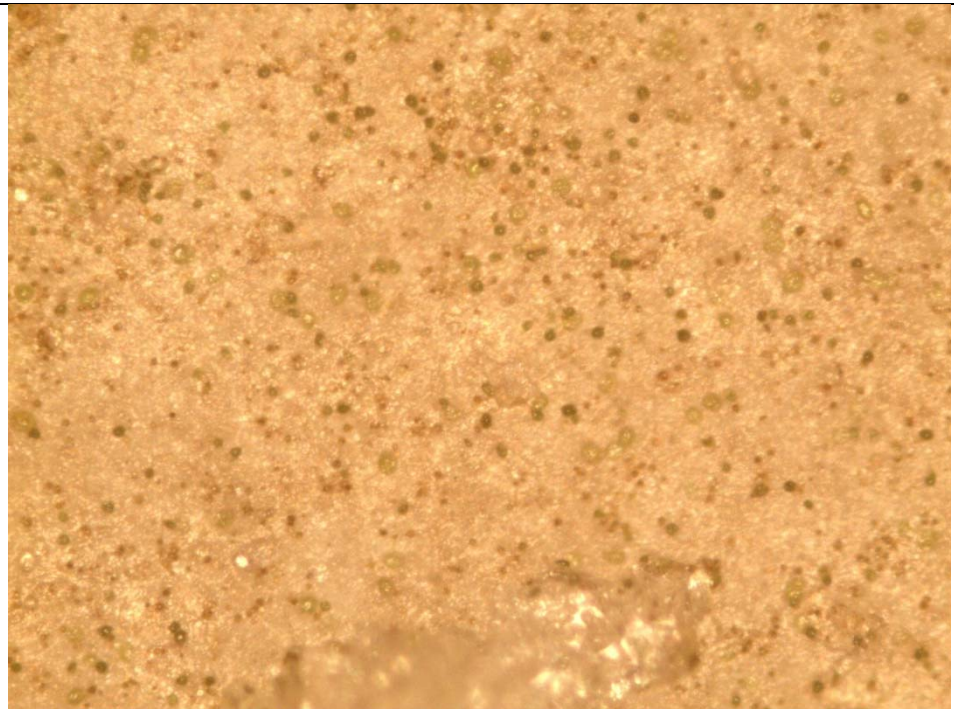
Las muestras 15, 16, 20 y 21 muestran una evolución inversamente proporcional de crecimiento biológico.

Se observan las microalgas, siendo la concentración de las mismas inferior en las muestras 20 y 21.

**G15**



**G21**



### **Cerámica con SiF**

Se aprecia igualmente crecimiento biológico en la superficie de la muestra cerámica tratada (ver fotografía adjunta). En general, la concentración de microalgas incrustadas es inferior al caso del recubrimiento con GO.



--	--



*Una manera de hacer Europa*



## **5. CARACTERIZACIÓN ESPECÍFICA PARA SUBSTRATOS.**

### **COMPORTAMIENTO FRENTE AL FUEGO EN SUBSTRATOS MADERA.**

#### **Normas de ensayo realizadas**

- UNE 23721: 90. Ensayos de reacción al fuego de los materiales de construcción. Ensayo por radiación aplicable a los materiales rígidos o similares (materiales de revestimiento) de cualquier espesor y a los materiales flexibles de espesor superior a 5mm.
- UNE 23727:90. Ensayos de reacción al fuego de los materiales de construcción. Clasificación de los materiales utilizados en la construcción.

#### **Descripción del método de ensayo**

##### **Método del Epirradiador (UNE 23 721:90).**

Se ensayan 2 probetas\* de 400mm x 300mm y de un espesor inferior a 120mm.

Se acondicionan las probetas en un recinto a  $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$  y  $(50 \pm 10) \%$  de humedad relativa, hasta peso constante ( $\pm 2 \%$ ).

Se sitúa la probeta sobre un soporte, a 30mm de un foco radiante de calor constante, durante 20 minutos, observándose la inflamación de los gases desprendidos y la propagación de la combustión.

Durante el ensayo se determinan:

- Períodos de tiempo necesarios para la inflamación de las caras inferior (t1) y superior (t2) de la probeta, así como el tiempo de extinción de las llamas.
- Longitud de las llamas durante cada período de 30 segundos.
- Variaciones del equilibrio térmico de la cámara de ensayo en un registro.
- Otras incidencias o sucesos de interés: fusión del material caída de gotas, emisión de humos y su color, etc.

Con todos estos datos se calculan los siguientes índices:

- índice de inflamabilidad "i"
- índice de desarrollo de las llamas "s"
- longitud máxima de las llamas "h"
- índice de combustibilidad "c"

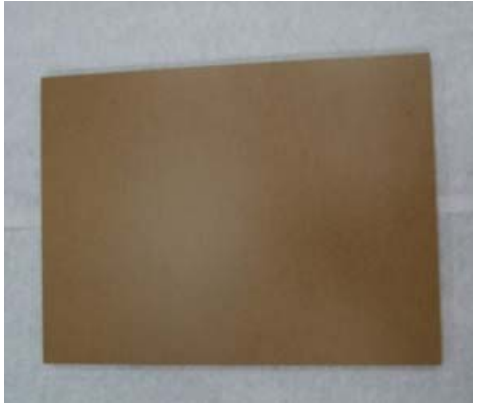
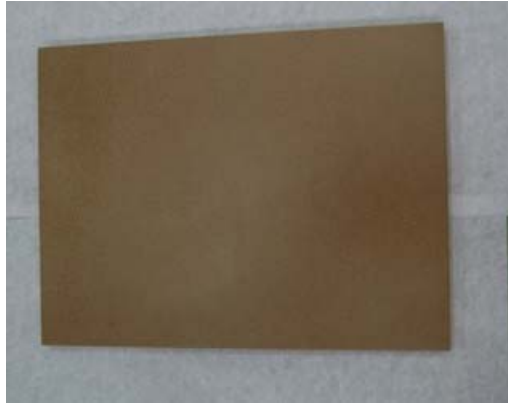




#### **Muestras seleccionadas objeto de ensayo**

<b>MUESTRA</b>	<b>REFERENCIA INTERNA</b>	<b>SUSTRATO</b>
Barniz al agua monocomponente sin Nanopartículas	BLANCO	MDF ignifugo
Barniz al agua monocomponente + Nanopartículas de salvia	SALVIA	MDF ignifugo
Barniz al agua monocomponente + Gráfeno	GRAFENO	MDF ignifugo
Barniz al agua monocomponente +Zeolita CBV 100 AgNO3/H2O (1/1)	A1	MDF ignifugo

Barniz al agua monocomponente +Zeolita CBV 10A AgNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O (1/1)	A2	MDF ignifugo
Barniz al agua monocomponente +Zeolita CBV 100 AgNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O (1/1,5)	B1	MDF ignifugo
Barniz al agua monocomponente +Zeolita CBV 10A AgNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O (1/1,5)	B2	MDF ignifugo

**\*Gramaje húmedo del barniz al agua monocomponente en todos los casos: 125g/m<sup>2</sup>**

**Fotografías de las muestras de ensayo**

	
<b>BLANCO</b>	<b>SALVIA</b>
	
<b>GRAFENO</b>	<b>A1</b>
	
<b>A2</b>	<b>B1</b>



**B2**

### Resultados de ensayo

**Ensayo de Reacción al Fuego de los Materiales de Construcción. Ensayo por radiación aplicable a los materiales rígidos o similares de cualquier espesor, y a los materiales flexibles de espesor superior a 5 mm, s/n UNE 23 721: 90.**

REFERENCIA INTERNA/ N° PROBETA	i	s	h	c
BLANCO/1	1,42	0,30	0,75	<1
BLANCO/2	1,23	0,26	0,75	<1
SALVIA/1	1,36	0,26	0,75	<1
SALVIA/2	1,55	0,21	0,75	<1
GRAFENO/1	0	0	0	<1
GRAFENO/2	0	0	0	<1
A1/1	2,15	0,15	0,60	<1
A1/2	Se descarta la probeta al no obtener un resultado satisfactorio en el ensayo de la primera muestra			
A2/1	1,96	0,15	0,60	<1
A2/2	Se descarta la probeta al no obtener un resultado satisfactorio en el ensayo de la primera muestra			
B1/1	0	0	0	<1

B1/2	0	0	0	<1
B2/1	0	0	0	<1
B2/2	0	0	0	<1

### Clasificación de las muestras en su reacción al fuego

Ensayos de reacción al fuego de los materiales de construcción. Clasificación de los materiales utilizados en la construcción, s/n UNE 23727:90.

REFERENCIA INTERNA/ N° PROBETA	CLASIFICACIÓN	GRADO DE INFLAMABILIDAD
BLANCO/1	M3	MODERADAMENTE INFLAMABLE
BLANCO/2	M3	MODERADAMENTE INFLAMABLE
SALVIA/1	M3	MODERADAMENTE INFLAMABLE
SALVIA/2	M3	MODERADAMENTE INFLAMABLE
GRAFENO/1	M1	NO INFLAMABLE
GRAFENO/2	M1	NO INFLAMABLE
A1/1	M2	DIFÍCILMENTE INFLAMABLE
A2/1	M2	DIFÍCILMENTE INFLAMABLE
B1/1	M1	NO INFLAMABLE
B1/2	M1	NO INFLAMABLE
B2/1	M1	NO INFLAMABLE
B2/2	M1	NO INFLAMABLE

### **Discusión de los resultados.**

Los sustratos utilizados son soportes de MDF ignífugos clasificados como **M1** s/n UNE 23721:90.

Tras aplicarle el barniz al agua monocomponente (BLANCO) la clasificación obtenida es un **M3**, partiendo de esta clasificación se aditivan diferentes Nanopartículas al barniz para comparar si estas mejoran las propiedades de reacción al fuego.

Tras el ensayo de la muestra referenciada como SALVIA, se observa que esta Nanopartícula ni mejora ni empeora la clasificación, con lo cual se determina que no tiene propiedades ignífugas ni que a su vez aporta una mayor carga de fuego al conjunto, quedando clasificada la muestra nuevamente como **M3**.

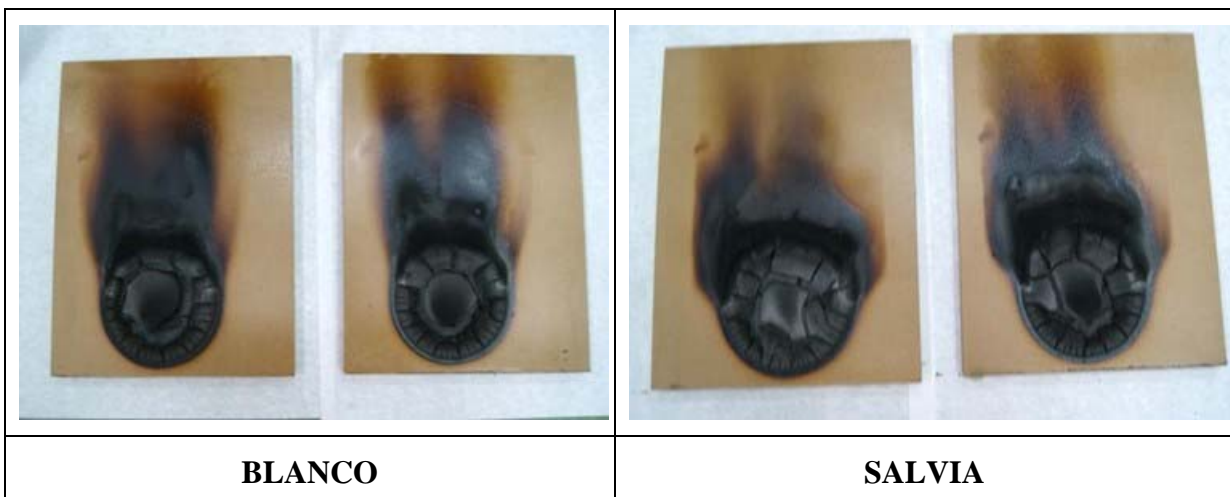
Tras el ensayo con la muestra aditivada con Nanopartículas de Grafeno se observa una mejora de 2 clasificaciones en la reacción al fuego, obteniendo un **M1**, siendo este el mejor resultado posible para la muestra objeto de ensayo, y demostrando así que esta Nanopartícula posee características ignífugas.






En cuanto a las muestras referenciadas como A1 y A2, a pesar de que se obtiene una mejora de la clasificación inicial, **M2**, quedan descartadas en pro de aquellas muestras que sí consiguen obtener la clasificación final M1.

Las muestras referenciadas como B1 y B2, también alcanzan la clasificación deseada **M1**, comprobando así sus características ignífugas.

Por tanto y a la vista de los resultados obtenidos, las muestras que seguirán siendo objeto de estudio en su comportamiento de reacción al fuego son aquellas aditivadas con Nanopartículas y referenciadas internamente como: Grafeno, B1 y B2.

### **Fotografías de las muestras tras el ensayo**



	
<b>GRAFENO</b>	<b>A1</b>
	
<b>A2</b>	<b>B1</b>
	
<b>B2</b>	

**Resumen de la clasificación y grado de inflamabilidad para materiales combustibles**

CLASIFICACIÓN	GRADO DE INFLAMABILIDAD
<b>M1</b>	NO INFLAMABLE
<b>M2</b>	DIFÍCILMENTE INFLAMABLE

<b>M3</b>	MODERADAMENTE INFLAMABLE
<b>M4</b>	FÁCILMENTE INFLAMABLE

### Crterios de clasificaci3n s/n UNE 23727:90

Resumen de las clasificaciones obtenidas por los materiales r3gidos y los materiales flexibles de espesor superior a 5 mm.

CRITERIOS DE CLASIFICACI3N					
<b>PARAMETROS</b>	$i = 0$	$i$ cualquiera	$i < 1$	$i$ cualquiera	$i < 2$
	$s = 0$	$s < 0,2$	$s < 1$	$s < 1$	$s < 5$
	$h = 0$	$h < 1$	$h < 1$	$h < 1,5$	$h < 2,5$
	$c < 1$	$c < 1$	$c < 1$	$c < 1$	$c < 2,5$
<b>CLASIFICACI3N</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>		<b>M3</b>	

<b>Ensayo de Propagaci3n de la Llama.</b>	Materiales que no entran en las clases precedentes y con un valor de Velocidad de Propagaci3n $< 2$ mm/s. <b>M4</b>
---	---

## EVALUACIÓN DE PROPIEDADES ANTI-CORROSIVAS Y DE ADHERENCIA EN LOS SUSTRATOS METÁLICOS

De manera general se realizaron ensayos de resistencia a la corrosión mediante técnicas electroquímicas no invasivas, EIS (espectroscopía de impedancia electroquímica). La resistencia a la corrosión se debe realizar con y sin aditivos para valorar los efectos que pueden llevar estos aditivos a la resistencia a la corrosión de estos metales. Es importante obtener una buena compatibilidad entre las propiedades antimicrobianas y antifouling con la propiedad de resistencia a la corrosión. Esto es debido, a que tanto en los procesos de crecimiento del fouling que se generan en agua de mar principalmente, ambiente altamente corrosivo, como en el caso del crecimiento bacteriano, en el que puede haber bajadas de pH que provoquen situaciones de corrosión localizada, el recubrimiento debe ser protector del sustrato y además, la interacción con el aditivo debe ser nula en dicho efecto o sinérgica, mejorando dicha propiedad.

Previamente a los ensayos de corrosión se realizaron pruebas de adhesión de los recubrimientos a los sustratos mediante ensayo de corte por enrejado, UNE EN ISO 2409:2013 para ello se evaluaron los espesores finales mediante método magnético (UNE-EN ISO 2808:2007 (7C); UNE-EN ISO 2178:1996) y/o corrientes inducidas (UNE-EN ISO 2808:2007 (7D); UNE-EN ISO 2360:2004). Los datos de estos ensayos sobre los prototipos recubiertos seleccionados para las pruebas de antifouling y antimicrobiano se muestran en la siguiente tabla.

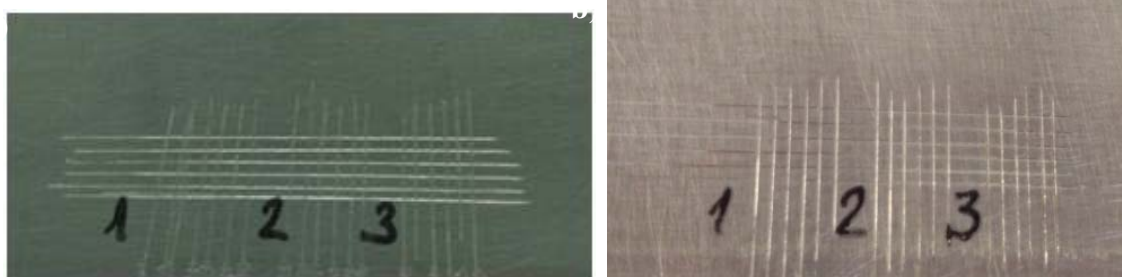
### Espesores

Sustrato / Aplicación	Probeta Ref.	Valor mínimo ( $\mu\text{m}$ )	Valor máximo ( $\mu\text{m}$ )	Desv. Típica ( $\mu\text{m}$ )	Valor medio ( $\mu\text{m}$ ) Incertidumbre calculada para $k=2$
Acero Inoxidable 304 / Antifouling	ACERO 304 – ENS3 Recubrimiento sol-gel sin aditivos	9,8	12,8	1,0	$11,6 \pm 2,1$
	ACERO 304 – SFINS3 Recubrimiento con sílica fluorada	15,2	20,7	1,6	$18,9 \pm 2,3$
	ACERO 304 – GOENS Recubrimiento con óxido de grafeno	18,3	21,5	1,0	$20,2 \pm 2,1$
Aluminio 2024 / Antimicrobiano	Al 2024 – SGA Recubrimiento sol-gel sin aditivos	3,4	5,8	0,8	$4,4 \pm 1,6$
	Al 2024 – SGA_B2 Recubrimiento sol-gel con zeolitas de Ag	6,5	10,7	1,5	$8,1 \pm 1,8$
	Al 2024 – SGA_D1 Recubrimiento sol-gel con zeolitas de Cobre	4,6	11,2	2,4	$8,0 \pm 2,2$

### Adherencia por corte por enrejado

Sustrato	Probeta Ref.	Resultado:
Acero Inoxidable 304	ACERO 304 – ENS3_P1 Recubrimiento sol-gel sin aditivos	2,2,2
Aluminio 2024	Al 2024 – SGA Recubrimiento sol-gel sin aditivos	0,0,1

0. Los bordes de las incisiones son perfectamente lisos: ningún cuadrado del enrejado se ha desprendido.
1. Se observan ligeros desprendimientos del recubrimiento en las intersecciones de las incisiones. El área de enrejado afectada no es superior al 5%.
2. Se observan desprendimientos del recubrimiento en los bordes y/o en las intersecciones de las incisiones. El área de enrejado afectada es mayor del 5% pero no mayor del 15%.

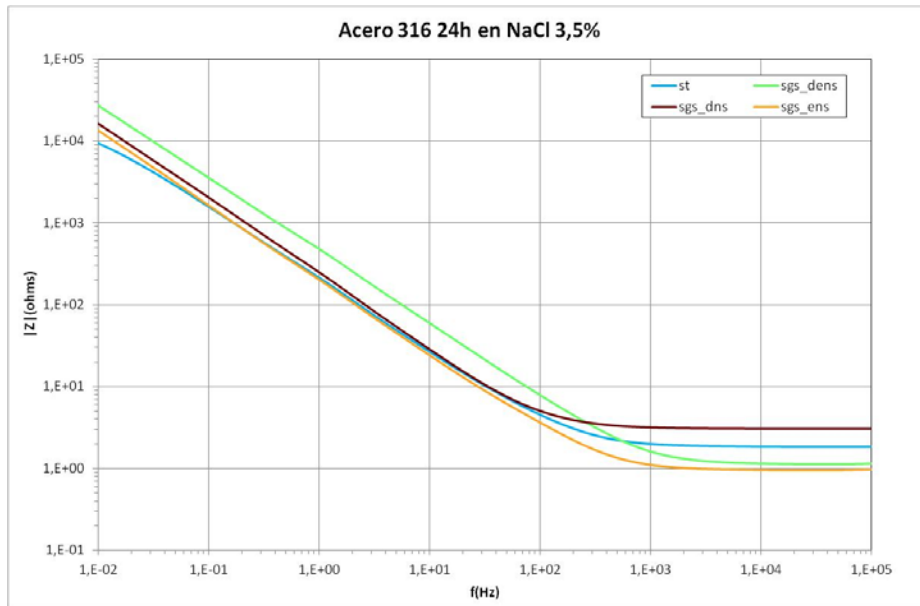


Resultado de adherencia por corte por enrejado de los dos recubrimientos seleccionados para a) antifouling sobre acero inoxidable y b) antimicrobiano sobre aluminio.

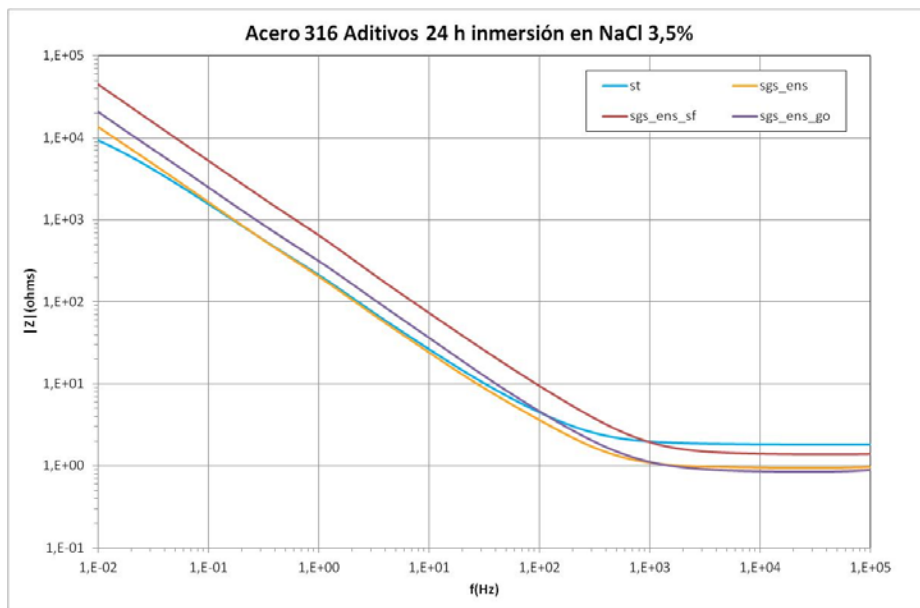
### ***Evaluación resistencia a la corrosión***

#### ***A.- Sustrato acero inoxidable 316: aplicación antifouling***

Se realizaron ensayos de resistencia a la corrosión a las 2 h, 24 h,... hasta 21 días en medio corrosivo de NaCl 3,5% evaluándose las impedancias o resistencias a la corrosión del recubrimiento frente a un sustrato sin recubrir, ST. Se formularon 3 recubrimientos base distintos, todos ellos proporcionaron valores de resistencia parecidos pero el que proporcionó una mayor dispersión de los aditivos fue el seleccionado para introducir los principios activos. En términos de corrosión se evaluaron todos ellos. A continuación, a modo de ejemplo, se muestra la gráfica de los ensayos realizados a 24 horas de inmersión de los recubrimientos sin aditivos y con aditivos para la aplicación antifouling.



*Selección del recubrimiento sin aditivos mediante ensayo de impedancias del sustrato acero 316 con tres recubrimientos distintos sin aditivos y su comparación con el sustrato sin recubrir, ST.*



*Evaluación del efecto sinérgico del recubrimiento seleccionado con los aditivos antifouling, SGS\_ENS\_SF (sílica fluorada) y SGS\_ENS\_GO (óxido de grafeno) y su comparación con el sustrato sin recubrir, ST y el recubrimiento sin aditivos, SGS\_ENS.*

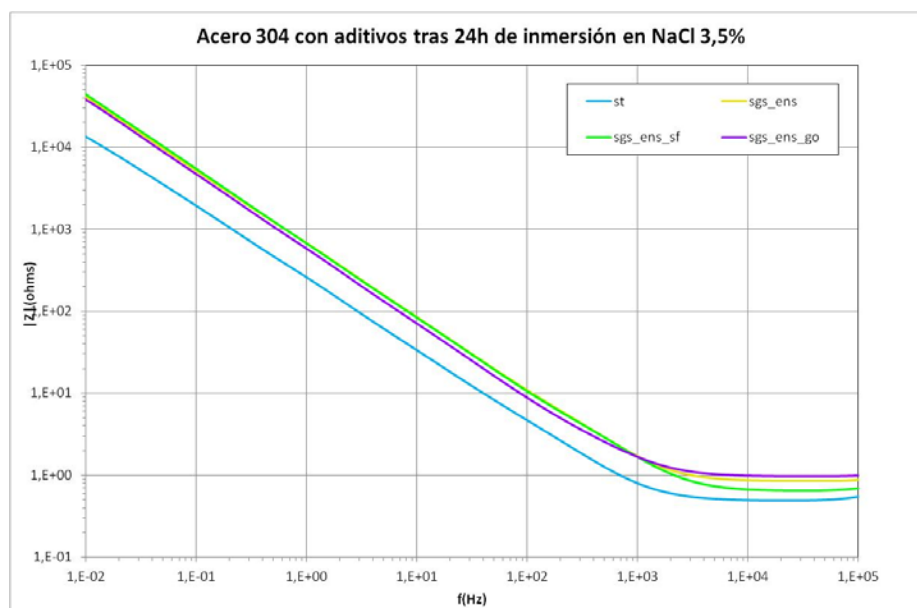
Los datos obtenidos de las gráficas anteriores muestran que los recubrimientos con y sin aditivos aumentan un orden de magnitud la resistencia a la corrosión del sustrato original. Además, en el caso de la Sílica Fluorada, SGS\_ENS\_SF, existe un efecto sinérgico apreciable como se observa en la siguiente tabla.

Sustrato 316 SS 24h	Z (ohm)
---------------------	---------

		10 mHz
Sustrato sin recubrir	ST	9,33E+03
	SGS_DENS	2,70E+04
Recubrimientos sin aditivos	SGS_DNS	1,63E+04
	SGS_ENS	1,36E+04
	SGS_ENS_GO	2,07E+04
Recubrimiento con aditivos	SGS_ENS_SF	4,47E+04

### *B.- Sustrato acero inoxidable 304: aplicación antifouling*

Se realizaron ensayos de resistencia a la corrosión a las 2 h, 24 h,... hasta 14 días en medio corrosivo de NaCl 3,5% evaluándose las impedancias o resistencias a la corrosión del recubrimiento frente a un sustrato sin recubrir, ST. Se formularon con la misma base seleccionada para el sustrato 316, ya que fue la que proporcionó mejor dispersión de los aditivos con similares resistencias a la corrosión. En términos de corrosión se evaluaron los aditivos antifouling, SGS\_ENS\_SF (sílica fluorada) y SGS\_ENS\_GO (óxido de grafeno). A continuación, a modo de ejemplo, se muestra la gráfica de los ensayos realizados a 24 horas de inmersión de los recubrimientos sin aditivos y con aditivos para la aplicación antifouling.



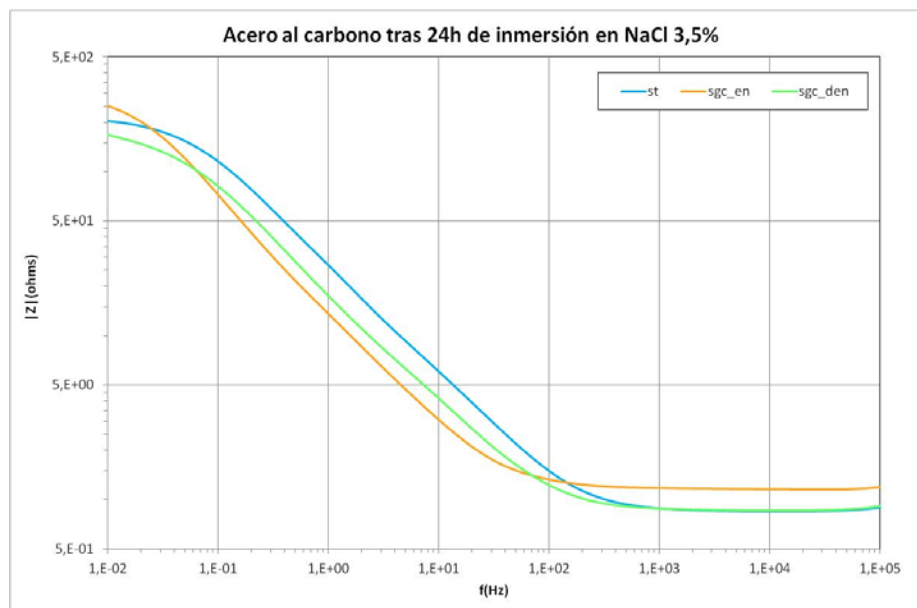
*Evaluación del efecto sinérgico del recubrimiento seleccionado con los aditivos antifouling, SGS\_ENS\_SF (sílica fluorada) y SGS\_ENS\_GO (óxido de grafeno) y su comparación con el sustrato sin recubrir, ST y el recubrimiento sin aditivos, SGS\_ENS.*

Los datos obtenidos de las gráficas anteriores muestran que los recubrimientos con y sin aditivos aumentan en cuatro veces la resistencia a la corrosión del sustrato original. Sin embargo no se observa efecto sinérgico entre los aditivos y el recubrimiento sin ellos. Tampoco se observa un deterioro derivado de su adición.

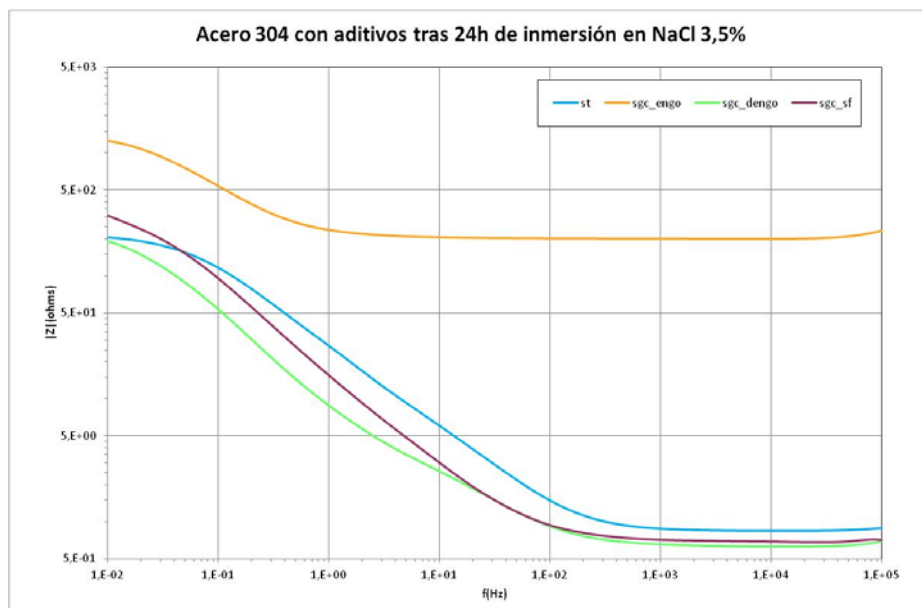
	Sustrato 304 SS 24h	Z (ohm) 10 mHz
Sustrato sin recubrir	ST	1,34E+04
Recubrimientos sin aditivos	SGS_ENS	4,13E+04
Recubrimiento con aditivos	SGS_ENS_GO	3,79E+04
	SGS_ENS_SF	4,47E+04

### *C.- Sustrato acero al carbono: aplicación antifouling*

Se realizaron ensayos de resistencia a la corrosión a las 2 h y a las 24 h en medio corrosivo de NaCl 3,5% evaluándose las impedancias o resistencias a la corrosión del recubrimiento frente a un sustrato sin recubrir, ST. Se formularon dos bases distintas para el sustrato acero al carbono, una más concentrada, SGC\_EN y otra más diluida, SGC\_DEN. Se seleccionó la concentrada para la sílica ya que proporcionaba mejor dispersión y en el caso del óxido de grafeno se evaluaron ambar con dicho aditivo. En términos de corrosión se evaluaron los aditivos antifouling, SGS\_ENS\_SF (sílica fluorada) y SGS\_ENS\_GO (óxido de grafeno). A continuación, a modo de ejemplo, se muestra la gráfica de los ensayos realizados a 24 horas de inmersión de los recubrimientos sin aditivos y con aditivos para la aplicación antifouling.



*Selección del recubrimiento sin aditivos mediante ensayo de impedancias del sustrato acero al carbono, CS, con dos recubrimientos distintos sin aditivos, uno concentrado, SGC\_EN y otro diluido, SGC\_DEN, y su comparación con el sustrato sin recubrir, ST.*



*Evaluación del efecto sinérgico del recubrimiento seleccionado con los aditivos antifouling, SGC\_SF (sílica fluorada) y SGC\_ENGO y SGC\_DENGO (óxido de grafeno) y su comparación con el sustrato sin recubrir, ST.*

De la evaluación de los datos anteriores se observa que el recubrimiento diluido con el grafeno muestra el mismo comportamiento que el sustrato original, por lo que no se ve efecto protector. En el caso de la sílica fluorada y el óxido de grafeno con el recubrimiento concentrado sí que se observa una protección que en el caso del grafeno es mayor de un orden de magnitud, por lo que se puede decir que existe un efecto sinérgico entre el recubrimiento y el aditivo, como se observa en la siguiente tabla.

	Sustrato Acero al Carbono 24h	Z (ohm) 10 mHz
Sustrato sin recubrir	ST	2,04E+02
Recubrimientos sin aditivos	SGC_EN	2,51E+02
	SGC_DEN	1,68E+02
Recubrimiento con aditivos	SGC_ENGO	1,25E+03
	SGC_DENGO	1,90E+02
	SGC_SF	3,08E+02

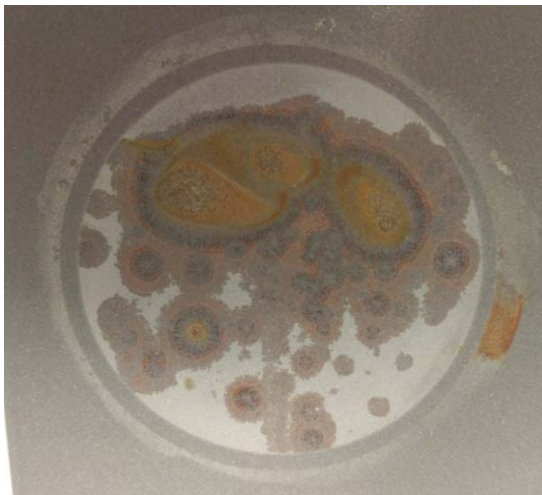
En las siguientes imágenes se muestra el estado de las muestras de acero al carbono tras 24 horas en inmersión NaCl 3,5% para su evaluación visual. En ellas se puede observar el claro efecto de protección contra la corrosión del óxido de grafeno sobre el acero al carbono.



**A: SUSTRATO SIN RECUBRIR**



**B: SUSTRATO RECUBIERTO SGC\_EN**



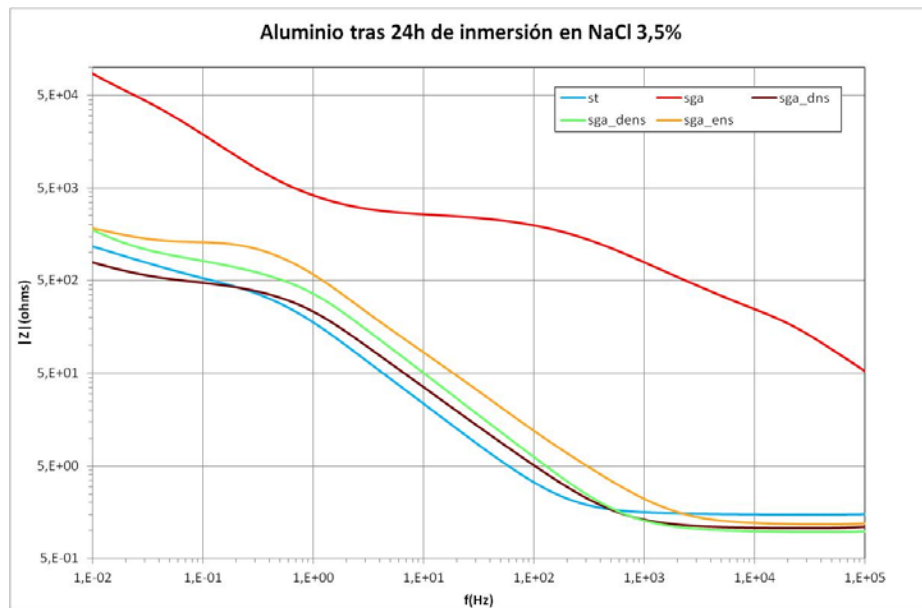
**C: SUSTRATO CON SÍLICA FLUORADA**



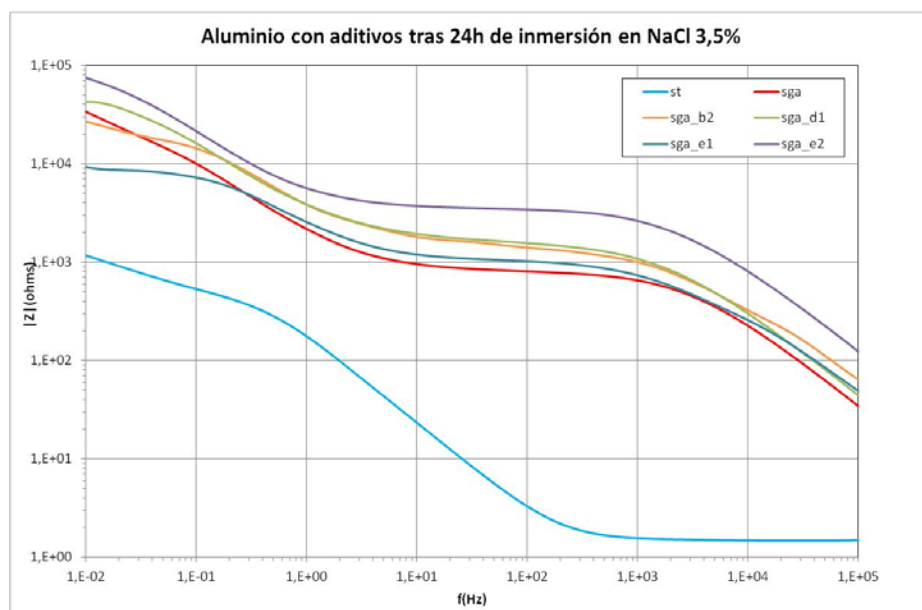
**D: SUSTRATO CON ÓXIDO DE GRAFENO**

#### D.- Sustrato aluminio: aplicación antibacteriano

Se realizaron ensayos de resistencia a la corrosión a las 2 h, 24 h,...hasta 7 días, en medio corrosivo de NaCl 3,5% evaluándose las impedancias o resistencias a la corrosión del recubrimiento frente a un sustrato sin recubrir, ST. Se formularon cuatro bases distintas para el sustrato aluminio, dos concentradas, SGA\_ENS y SGA y otras dos diluidas, SGA\_DEN y SGA\_DN. Se seleccionó la concentrada SGA para la dispersión de los aditivos antibacterianos de las zeolitas y nanozeolitas de plata y cobre, ya que proporcionaba mejor dispersión y mucha mejor resistencia a la corrosión. A continuación, a modo de ejemplo, se muestra la gráfica de los ensayos realizados a 24 horas de inmersión de los recubrimientos sin aditivos y con aditivos para la aplicación antifouling.



*Selección del recubrimiento sin aditivos mediante ensayo de impedancias del sustrato Aluminio, con cuatro recubrimientos distintos sin aditivos, dos concentrados, SGA y SGA\_ENS y otros dos diluidos, SGA\_DENS y SGA\_ENS, y su comparación con el sustrato sin recubrir, ST.*



*Evaluación del efecto sinérgico del recubrimiento seleccionado, SGA, con los aditivos antibacterianos, SGA\_B2 (zeolitas Ag), SGA\_D1 (zeolitas Cu), SGA\_E1 (nanozeolitas Ag) y SGA\_E2 (nanozeolitas Cu) y su comparación con el sustrato sin recubrir, ST.*

De la gráfica anterior se observa que todos los recubrimientos con base el SGA mejoran la resistencia a la corrosión del sustrato aluminio desnudo en más de un orden de magnitud. Además, para el caso concreto de los aditivos con cobre, D1 y E2 se observa un efecto sinérgico que llega hasta medio orden de magnitud más para las nanozeolitas de cobre. Para los aditivos de plata no se

observa efecto sinérgico claro pero tampoco un deterioro del recubrimiento debido a dichos aditivos. Los datos de impedancias a 10 mHz se muestran en la siguiente tabla.

	Sustrato Aluminio 24h	Z (ohm) 10 mHz
Sustrato sin recubrir	ST	1,18E+03
Recubrimientos sin aditivos	SGA	3,37E+04
	SGA_ENS	1,84E+03
	SGA_DENS	1,76E+03
	SGA_DNS	7,86E+02
Recubrimiento con aditivos	SGA_B2	2,66E+04
	SGA_D1	4,22E+04
	SGA_E1	9,33E+03
	SGA_E2	7,55E+04

A modo de ejemplo, se muestran, a continuación las fotografías de los sustratos de Aluminio tras inmersión en NaCl 3,5% durante 7 días. En las muestras con Ag se ve un mayor deterioro del recubrimiento, Figuras B (SGA\_E1) y D (SGA\_B2), mientras que en las aditivadas con cobre no se observaron prácticamente ningún deterioro o picaduras en el sustrato, Figuras C (SGA\_E2) y E (SGA\_D1).



**A: SUSTRATO CON RECUBRIMIENTO SGA**



**B: SUSTRATO CON NANOZEOLITAS Ag: E1**

**C: SUSTRATO CON NANOZEOLITAS Cu: E2**



**D: SUSTRATO CON ZEOLITAS Ag: B2**

**E: SUSTRATO CON ZEOLITAS Cu: D1**