

(09-010) - Strengthening the Scientific Training of Engineering Students through Electrodynamic Processing of Hybrid Nanostructures

Rubio-Valle, José Fernando ¹; Martín-Alfonso, Manuel Antonio ¹; Yañez Díaz, Remedios ²; Martín-Alfonso, José Enrique ¹

¹ Universidad de Huelva, ² Universidad de Vigo

The main objective of this educational work is to introduce students from different engineering disciplines to the electrohydrodynamic processing technique. It focused primarily on providing students with specific skills to prepare and characterize hybrid solutions, using an easy-to-follow methodology designed exclusively for teaching laboratories. In addition, it aimed to familiarize students with the principles and operational aspects of electrohydrodynamics by guiding them through the processing of hybrid nanostructures. Special emphasis has been placed on the correlation between process conditions and the resulting morphology, establishing optimal conditions. The work presents experimental procedures and is positioned as a valuable resource for students and early stage researchers. The proposed process was structured in three laboratory sessions of approximately 4 hours each and designed to be implemented in different engineering subjects. This work aims to facilitate a comprehensive understanding of electrospinning, providing practical experience and essential fundamental knowledge in engineering.

Keywords: Nano-manufacturing education; electrospinning; hybrid nanostructures; materials engineering

Refuerzo de la formación científica de los estudiantes de ingeniería mediante el procesamiento electrodinámico de nanoestructuras híbridas

Este trabajo educativo tiene como objetivo principal introducir a estudiantes de las diversas ramas de la ingeniería a la técnica de procesamiento electrohidrodinámico. Se enfocó primeramente en dotar a los estudiantes con habilidades específicas para preparar y caracterizar disoluciones híbridas, utilizando una metodología fácil de seguir diseñada exclusivamente para laboratorios docentes. Además, se buscó familiarizar a los estudiantes con los principios y aspectos operativos de la electrohiladura, guiándolos a través del procesamiento de nanoestructuras híbridas. Se hizo especial énfasis en la correlación entre las condiciones del proceso y la morfología resultante, estableciendo unas condiciones óptimas. El trabajo presenta procedimientos experimentales y se posiciona como un recurso valioso para estudiantes e investigadores en etapas tempranas. El procedimiento propuesto estuvo estructurado en tres sesiones de laboratorio de aproximadamente 4 horas cada una y diseñado para ser implementado en diferentes asignaturas ingenieriles. Este trabajo aspira a facilitar la comprensión integral de la electrohiladura, proporcionando experiencia práctica y conocimientos fundamentales esenciales en ingeniería.

Palabras clave: Educación en nanofabricación; electrospinning; nanoestructuras híbridas; ingeniería de materiales

Correspondencia: José Fernando Rubio Valle, josefernando.rubio@diq.uhu.es

Agradecimientos: Este trabajo forma parte de un proyecto de investigación (PID2021-125637OB-I00) financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y por FEDER "Una forma de hacer Europa". J.F. Rubio-Valle también ha recibido una beca de



©2024 by the authors. Licensee AEIPRO, Spain. This article is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivatives 4.0 International License (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

investigación PRE2019-090632 del Ministerio de Ciencia e Innovación (España).
Agradecemos su apoyo financiero.

1. Introducción

En las últimas décadas la nanotecnología ha emergido como un campo de investigación y desarrollo con implicaciones significativas en diversas áreas científicas y tecnológicas (Bhushan, 2017). Uno de los aspectos claves es su capacidad para aprovechar las propiedades únicas de los materiales a escala nanométrica. Estas propiedades, que difieren significativamente de las observadas a escalas macroscópicas, ofrecen oportunidades para el diseño y la creación de materiales con características mejoradas y con propiedades que no se podrían obtener de otra manera, como una mayor resistencia, conductividad eléctrica o térmica, y la capacidad de interactuar con sistemas biológicos de manera más efectiva (Haghi and Akbari, 2007). El aprendizaje sobre nanotecnología es crucial para preparar a los alumnos para un mundo en constante cambio (Jones et al., 2013). Esto implica entender conceptos avanzados, aplicar el conocimiento en proyectos prácticos y desarrollar habilidades de investigación y desarrollo. Este aprendizaje no solo les prepara para carreras en industrias emergentes, sino que también les capacita para contribuir a la innovación en diversos campos científicos y tecnológicos (Jackman et al., 2016).

Dentro de la amplia gama de técnicas de nanofabricación cabe destacar el electrospinning el cual es un proceso fácil, reproducible, versátil y esta escalado a nivel industrial. Este proceso, combina principios de electrostática y de flujo de fluidos, ofrece una plataforma única para la creación de nuevos materiales con unas propiedades excepcionales y con diversas potenciales aplicaciones (José Fernando Rubio-Valle et al., 2021). El proceso consiste en aplicar a una disolución dieléctrica una alta tensión entre una aguja y un colector, formándose una gotícula en el extremo de la aguja que se estira bajo el campo eléctrico, solidificándose en una estructura formada por fibras debido a la rápida evaporación del solvente y depositándose en el colector (Tucker et al., 2012). El atractivo del proceso de electrospinning radica en su capacidad para producir nanofibras con diámetros que van desde unos pocos nanómetros hasta micrómetros y en la capacidad de emplear materias primas de diferente naturaleza (Duque Sánchez et al., 2014). Además, las fibras electrohiladas pueden diseñarse para tener propiedades específicas como porosidad, alineación de las fibras y composición mediante el ajuste de parámetros las propiedades físico-químicas de la disolución y/o de las condiciones de procesamiento. Esta capacidad única confiere a las nanofibras una relación área superficial-volumen excepcionalmente alta, alta porosidad y propiedades mecánicas, eléctricas y químicas ajustables (Bognitzki et al., 2001). En consecuencia, estas nanofibras electrohiladas encuentran aplicaciones en un amplio espectro de campos, que incluyen, entre otros, la ingeniería biomédica, la remediación ambiental, el almacenamiento de energía, la estructuración de aceites, la filtración y las industrias textiles (Akbari et al., 2021; Perez-Puyana et al., 2020; J.F. Rubio-Valle et al., 2023; José F. Rubio-Valle et al., 2021).

Dentro del enorme abanico de polímeros naturales existentes que pueden ser procesados mediante la técnica de electrospinning destaca la celulosa $(C_6H_{10}O_5)_n$. Debido a que es la biomolécula más importante y abundante en la Tierra; fue sintetizada por primera vez por Kobayashi y Shoda en 1992 (Kobayashi and Fukuoka, 2013) sin el uso de enzimas de origen biológico. Estructuralmente, la celulosa es un polisacárido compuesto por moléculas de β -glucosa unidas por enlaces glucosídicos $\beta(1\rightarrow4)$ (Kobayashi and Fukuoka, 2013). Las cadenas de celulosa tienen una estructura lineal, conectadas por enlaces de hidrógeno, y las unidades no están completamente en el plano estructural, sino que adoptan una conformación en forma de silla. Debido a su estructura, la celulosa es susceptible a diferentes modificaciones químicas, dando lugar a nuevos compuestos derivados que pueden ser más adecuados que la celulosa para ciertas aplicaciones, como por ejemplo la regeneración de tejidos en el campo de los biomateriales, debido a las propiedades que poseen (Nuamcharoen et al., 2021; Souza et al., 2021). Existe una amplia variedad de derivados de la celulosa, como

el acetato de celulosa butirato (CAB), el metil celulosa (MC), el acetato de celulosa (CA) y el etil celulosa (EC), entre otros, siendo los dos últimos los más ampliamente utilizados (Martín-Alfonso et al., 2024; Rubio-Valle et al., 2022; Sánchez-Cid et al., 2022). Estos compuestos orgánicos se obtienen a partir de la celulosa, modificando su estructura original mediante la sustitución de los grupos hidroxilo externos con grupos propil, metil, acetilo o etoxi, respectivamente (Aziz et al., 2022; Seddiqi et al., 2021). En comparación con los ésteres monocelulósicos, como puede ser el CA, el CAB tiene una serie de ventajas, como una excelente solubilidad, estabilidad estructural, además de ser un polímero altamente biocompatible y ampliamente utilizado en aplicaciones farmacéuticas y biomédicas (Huang et al., 2013).

En los últimos años se ha centrado el interés en la fabricación de nanoestructuras híbridadas (Mehta et al., 2022). Esto es debido, a la capacidad de combinar materiales de diferentes familias con diferentes propiedades, como metales, semiconductores o polímeros, las nanoestructuras híbridadas pueden exhibir propiedades sinérgicas que no están presentes en ninguno de los materiales por separado (Costi et al., 2010). Entre las diferentes familias de materiales de distinta naturaleza, destacan los materiales cerámicos, que se distinguen por sus propiedades inherentes, como una notable resistencia mecánica, alta dureza, resistencia al desgaste y temperaturas elevadas, todo ello manteniendo una densidad relativamente baja (Ayode Otitoju et al., 2020). Entre estas cerámicas, la hidroxiapatita (HA) ocupa un lugar destacado como componente inorgánico primario en la composición de los huesos (Bal et al., 2020). Debido a sus características bioactivas, biodegradables y osteoconductoras (Kattimani et al., 2016), la HA ha encontrado una amplia aplicación en implantes biomédicos y regeneración ósea (Bal et al., 2020). La HA refleja la composición mineral del hueso natural, demostrando una notable osteoconductividad y capacidad de unión ósea; sin embargo, carece de la capacidad de degradarse por sí solo en el cuerpo humano (Bal et al., 2020). En consecuencia, se han explorado ampliamente las estructuras compuestas de polímero/cerámica mediante el procesamiento con técnicas de electrospinning; estos desarrollos pueden aplicarse a la ingeniería del tejido (Oprea y Voicu 2020; Saxena, Shukla y Pandey 2019).

El propósito principal de este trabajo educativo es familiarizar a los estudiantes inscritos en los cursos de ingeniería con una técnica de nanofabricación conocida como electrospinning. Hasta la fecha la su incorporación en los cursos de ingeniería, además, los planes de estudio de ciencias e ingeniería actuales permiten a los estudiantes explorar y profundizar en las complejidades de las nanoestructuras creadas mediante electrohilado. Al mismo tiempo, hay una creciente demanda de individuos que estén capacitados en la investigación en el ámbito de la nanotecnología, particularmente en las universidades politécnicas. Por lo tanto, fomentar la educación y cultivar una alta competencia técnica en electrohilado puede servir como una vía atractiva para que los estudiantes y las universidades profundicen su conocimiento en ciencias e ingeniería, mejorando así su alfabetización científica en un futuro previsible. Introducir el electrohilado a nivel universitario tiene el potencial de captar el interés de los estudiantes, aumentar su compromiso, provocar respuestas reflexivas a las preguntas científicas y despertar la motivación hacia las actividades científicas. Además, esta iniciativa educativa puede equipar a los futuros profesionales con las habilidades necesarias para explorar nuevos materiales y aplicaciones de significativo interés tecnológico.

2. Objetivo

El objetivo principal de este trabajo educativo es introducir a los estudiantes matriculados en los cursos de ingeniería a una técnica de nanofabricación como es el electrospinnig. El estudio proporcione a los estudiantes los conocimientos necesarios para preparar y caracterizar soluciones híbridadas. Para ello, se elaboró una metodología completa y fácil de seguir,

adaptada específicamente a las instalaciones de los laboratorios universitarios, centrada en la preparación y caracterización de soluciones híbridas con diferentes proporciones de material inorgánico. Además, pretendió familiarizar a los estudiantes con los principios fundamentales y los aspectos operativos del electrospinning, guiándoles a través del procesamiento de nanoestructuras híbridas electrohiladas, haciendo hincapié en la correlación entre las condiciones del proceso y la morfología resultante, estableciendo así las condiciones óptimas de procesamiento. Al presentar los procedimientos experimentales y la información recopilada, este estudio constituye un valioso recurso para estudiantes e investigadores noveles que deseen adquirir destreza en las habilidades de electrospinning

3. Materiales y metodología

3.1 Materiales

Como materia prima de partida para elaborar las nanoestructuras híbridas se empleó acetato butirato de celulosa (CAb) con un peso molecular de 65.000 g/mol e hidroxiapatita (HA) comercial suministrada por Himed®. Como disolventes se emplearon N,N-dimetilformamida (DMF, pureza $\geq 99\%$) y acetona (pureza Ac $\geq 99,7\%$) suministradas por Merck Sigma-Aldrich.

3.2. Metodología propuesta

El diseño fue implantado y diseñado específicamente para su uso en cursos de ingeniería, el procedimiento propuesto en este artículo está estructurado para ser implementado a lo largo de tres sesiones experimentales de laboratorio, cada una de las cuales dura aproximadamente 4 horas. En general, este trabajo educativo pretende facilitar una comprensión global de la electrospinning entre los estudiantes y miembros de la facultad, proporcionándoles experiencia práctica y conocimientos básicos esenciales en el campo de la ingeniería. Las sesiones prácticas se llevaron a cabo en tres días consecutivos. En la **primera sesión**, realizada el Día 1, los estudiantes prepararon las disoluciones de CAb/HA y asistieron a un seminario teórico donde se explicó la importancia de las propiedades fisicoquímicas en el proceso de electrospinning. Durante la **segunda sesión**, que tuvo lugar el Día 2, se sometieron las soluciones a un tratamiento ultrasónico y se procedió a la caracterización de sus propiedades fisicoquímicas. Finalmente, en la **tercera sesión**, realizada el Día 3, se llevó a cabo el procesamiento mediante electrospinning de las disoluciones híbridas de CAb/HA y la caracterización morfológica de las nanoestructuras obtenidas. Este enfoque permitió una preparación adecuada y el tiempo necesario para la caracterización y análisis de las muestras.

3.2.1. Preparación y caracterización de las disoluciones electrospinnables híbridas

El CAb y la HA se disolvieron en una mezcla 1:2 v/v de DMF y Ac, manteniendo constante la concentración total del 15 % en peso para el CAb (basada en estudios anteriores, (Martín-Alfonso et al., 2024)), mientras que se utilizaron diferentes proporciones en peso de HA con respecto al peso del CAb (ver **Tabla 1**). El procedimiento de preparación de todas las soluciones incluyó la agitación magnética a 650 rpm en condiciones de temperatura ambiente durante 24 horas, sometiendo después las soluciones a tratamiento con ultrasonidos durante 30 minutos. En la **Tabla 1** se detalla la serie de composiciones preparadas para el experimento de laboratorio. Cada muestra se preparó cuidadosamente por triplicado para su posterior caracterización.

Tabla 1: Codificación y composición de las disoluciones híbridas preparadas con CAb y HA en una mezcla 1:2 v/v de DMF y Ac

Sistemas	CAb (g)	HA (g)	DMF/Ac (g)
----------	---------	--------	------------

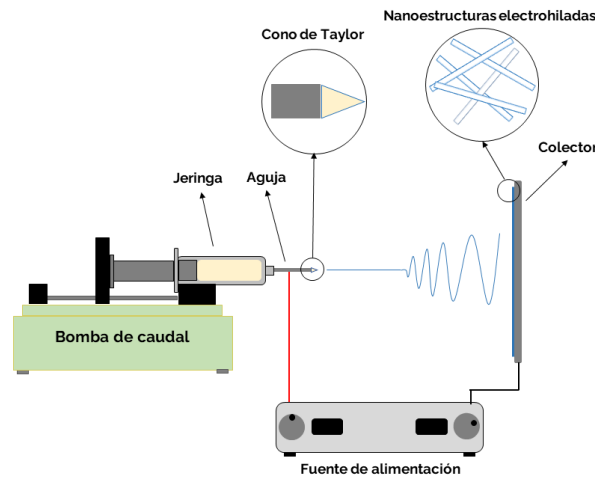
15CAb-0HA	22.5	0	127.5
15CAb-10HA	22.5	2.25	127.5
15CAb-20HA	22.5	4.50	127.5
15CAb-30HA	22.5	6.75	127.5
15CAb-40HA	22.5	9.00	127.5
15CAb-50HA	22.5	11.25	127.5

Las disoluciones electrospinnables de CAb y HA fueron sometidas por los alumnos a una caracterización fisicoquímica, que incluía mediciones de tensión superficial, conductividad eléctrica y de viscosidad de cizallamiento, todas las mediciones fueron realizadas a temperatura ambiente y por triplicado. La conductividad eléctrica de las disoluciones se evaluó a temperatura ambiente utilizando un conductímetro (GLP 31, Crison, España) equipado con una célula de inmersión. El conductímetro se calibró utilizando patrones de calibración basados en soluciones patrón de KCl dentro del intervalo de concentración apropiado. La tensión superficial se determinó utilizando un tensiómetro de fuerza (Sigma 703D, Biolin Scientific, China) con una placa Wilhelmy de platino (39,24 mm de ancho × 0,1 mm de espesor). La viscosidad de cizallamiento se midió aplicando una velocidad de cizallamiento en el intervalo de 0,1-600 s⁻¹, utilizando un reómetro de deformación controlada (ARES Rheometric Scientific, Reino Unido) equipado con cilindros coaxiales (32 mm de diámetro interior y 33,35 mm de longitud) y utilizando un gap de 5 mm.

3.2.2. Elaboración y caracterización de las nanoestructuras híbridas electrohiladas

Las disoluciones híbridas fueron electrohiladas empleando una cámara de electrohilado de la marca comercial de DOXA Microfluidics (Málaga, España). Para ello, los alumnos colocaron 10 mL de cada una de las disoluciones en una jeringa equipada con una aguja con unas dimensiones de 21-G que se fijó al soporte empleando una configuración horizontal y se acopló a una fuente de alimentación de alto voltaje que proporcionaba 12-25 kV y 0,25-0,60 mL/h de caudal. La punta de la aguja se colocó a 10-20 cm de una placa colectora de aluminio y se proyectó un chorro cargado positivamente desde la punta de la jeringa sobre el colector cargado negativamente. A continuación, se retiraron cuidadosamente las nanoestructuras de la placa colectora. Todos los experimentos se realizaron a temperatura ambiente (22 ± 1 °C) y humedad relativa casi constante ($45 \pm 1\%$). La **Figura 1** muestra el dispositivo de electrospinning, con indicaciones claras de cada componente distinto.

Figura 1: Esquema del proceso de electrospinning



La caracterización morfológica de las nanoestructuras electrohiladas se llevó a cabo mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) empleando un microscopio de la marca comercial JEOL modelo JXA-8200 SuperProbe (Tokio, Japón). Para ello se utilizó un detector de electrones secundarios a una tensión de aceleración de 15 kV. Previamente a la obtención de las imágenes, a las nanoestructuras se le realizó un sputtering con oro. Las imágenes de SEM obtenidas se analizaron utilizando el software de código abierto FIJI ImageJ. Para ello, los parámetros analíticos, como el tamaño de las fibras, se evaluaron realizando 100 mediciones aleatorias tomadas a las mismas magnificaciones.

3.4. Encuesta de satisfacción de los estudiantes

Se realizaron encuestas de satisfacción detallada en la **Tabla 2** donde se abarcó diez aspectos claves relativos a la percepción de los estudiantes sobre los ejercicios de laboratorio realizados. Las respuestas se recogieron mediante una escala tipo "Likert" que iba de 1 a 5, donde 1 representaba "totalmente en desacuerdo", 2 denotaba "en desacuerdo", 3 significaba "algo en desacuerdo", 4 indicaba "de acuerdo" y 5 representaba "totalmente de acuerdo". La participación en la encuesta de satisfacción fue voluntaria y anónima.

Tabla 2: Declaraciones a responder en la encuesta de satisfacción de los estudiantes

Numero	Declaración
1	Pertinencia para mi ámbito académico.
2	Ampliación de mis conocimientos especializados.
3	Aumento de la seguridad en mí mismo.
4	Inspiración para el aprendizaje a través de materiales y equipos.
5	Posibilidad de conectar los conocimientos con la tecnología.
6	Coherencia con el material del curso.
7	Aplicación similar a las prácticas del mundo real/industrial en el uso de los equipos.
8	Adecuación del tiempo asignado a la actividad experimental.
9	Idoneidad de los materiales y equipos para satisfacer mis necesidades de aprendizaje.

10	Importancia de un enfoque práctico en la preparación para la ingeniería.
----	--

3.5 Análisis estadístico

Los datos de las propiedades medidas y los parámetros seleccionados se sometieron a un análisis de varianza (ANOVA), y las diferencias significativas entre medias se identificaron con una prueba de comparación a $p < 0,05$.

4. Resultados

4.1 Caracterización de las propiedades físico-químicas de las disoluciones

La primera sesión consistió en la preparación por parte de los estudiantes de las disoluciones de CAb/HA, junto con un seminario teórico en el que se describió la importancia de las propiedades fisicoquímicas en el proceso de electrospinning (Sánchez-Cid et al., 2022). Posteriormente, en la segunda sesión, se administró un tratamiento ultrasónico a las soluciones, seguido de procedimientos de caracterización. Por último, en la última sesión, se determinó la influencia de estas propiedades en el proceso de electrospinning. La **Figura 2** ilustra las soluciones híbridas resultantes preparadas por los estudiantes en el laboratorio, mostrando diferentes proporciones de contenido de HA. En particular, todas las soluciones presentaban un color blanco, que se intensificaba a medida que aumentaba el contenido de HA. Esto probablemente marcó la exposición inicial de los estudiantes de ingeniería a la elaboración de disoluciones híbridas, las cuales están caracterizadas por sus elevadas viscosidades y su difícil manipulación.

Figura 2: Disoluciones de CAb/HA preparadas con diferentes proporciones de HA: a) 15CAb-0HA, b) 15CAb-10HA, c) 15CAb-20HA, d) 15CAb-30HA, e) 15CAb-40HA y f) 15CAb-50HA



La **Tabla 3** ilustra el impacto del contenido de HA en las propiedades fisicoquímicas de las soluciones. Las estudiantes llevaron a cabo estas mediciones de forma eficiente utilizando equipos de laboratorio comunes bajo la supervisión adecuada del profesor. Comprender estas propiedades es crucial, además, mediante la simple manipulación y observación, los estudiantes pudieron discernir las muestras más adecuadas basándose en los conocimientos adquiridos durante los seminarios. La **Tabla 3** muestra los valores viscosidad de cizallamiento dinámica de las soluciones de CAb/HA, el hecho de tabularlas es porque todas las soluciones híbridas mostraron un comportamiento newtoniano en toda la gama de velocidades de cizallamiento estudiadas (Martín-Alfonso et al., 2024; J. F. Rubio-Valle et al., 2023). Se observa que la viscosidad dinámica aumentó con la carga de peso de CAb/HA, siguiendo la tendencia esperada en la que una mayor concentración de HA se correlacionaba con una mayor viscosidad. Aunque las diferencias pueden no ser notablemente significativas, la correlación directa de la viscosidad con otras propiedades de la solución polimérica como la

tensión superficial y la viscosidad tiene importancia, ya que estos factores afectan significativamente a la procesabilidad, como han señalado otros autores (Dodero et al., 2019; Rubio-Valle et al., 2024; Sánchez-Cid et al., 2022).

Tabla 3: Valores de viscosidad dinámica en cizalla (η), tensión superficial (σ) y conductividad eléctrica (μ) de las soluciones híbridas elaboradas con CAb/HA.

Sistemas	η (Pa.s)	σ (mN/m)	μ (μ S/cm)
15CAb-0HA	5,7	29,5	155,2
15CAb-10HA	7,1	31,1	141,3
15CAb-20HA	7,7	35,4	137,2
15CAb-30HA	8,6	35,9	134,1
15CAb-40HA	10,3	36,4	133,5
15CAb-50HA	13,2	37,1	131,7

Por un lado, en la **Tabla 3**, se observa que la tensión superficial de la solución aumentó con el incremento del contenido de HA en todas las soluciones preparadas. Este aumento fue progresivo a medida que aumentaba la proporción de HA en la relación CAb/HA pudiéndose relacionarse con el tipo de disolvente, la concentración utilizada y la viscosidad de las soluciones resultantes, ya que esta última está principalmente influenciada por el peso molecular del polímero (José Fernando Rubio-Valle et al., 2021). Por otro lado, se observa un gradual declive en la conductividad eléctrica a medida que aumenta la proporción de HA, esta disminución se atribuye a la reducida disponibilidad de cargas superficiales en concentraciones más altas de HA, causada por la aglomeración molecular debido al aumento de la viscosidad de la solución (Martín-Alfonso et al., 2024). La conductividad eléctrica, como se muestra, es otro factor crítico fácilmente examinado en cursos de ingeniería para anticipar los resultados de la electrohilatura, ya que las conductividades extremas, ya sean extremadamente bajas o altas, plantean desafíos durante el proceso de electrohilatura y/o inducen cambios significativos en las propiedades arquitectónicas de las estructuras resultantes (Sánchez-Cid et al., 2022). Por ejemplo, una mayor viscosidad de la solución y una disminución de la conductividad eléctrica, logradas mediante una concentración elevada de HA, han creado fibras de diámetro más fino y estructuras heterogéneas a escala nanométrica, dificultando la procesabilidad de la electrohilatura.

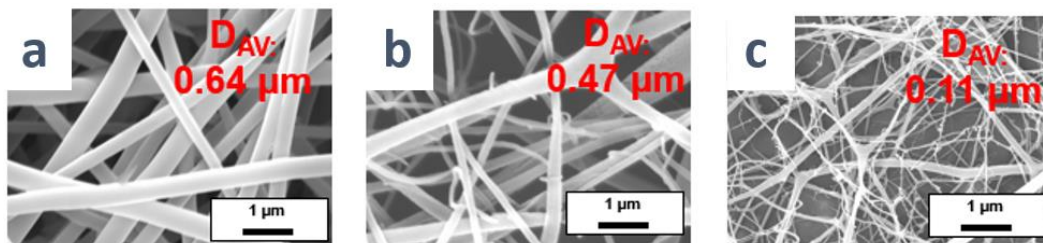
4.2 Caracterización de las nanoestructuras electrohiladas

La tercera sesión práctica se centró en el procesamiento mediante electrospinning de las disoluciones híbridas de CAb/HA preparadas previamente en las otras sesiones de prácticas. Bajo la supervisión del profesor, que poseía experiencia previa en el procesamiento por electrospinning. Los estudiantes utilizaron el equipo en modo "SEGURO", cuya configuración permite que al abrir la puerta se desconecta la bomba de flujo y la fuente de alimentación automáticamente para evitar accidentes. A lo largo de esta tarea, el profesor detalló y explicó meticulosamente a los alumnos los fenómenos observados. Además, el experimento profundizó en la conexión de las propiedades previamente medidas de cada solución, vinculándolas a diversos aspectos de procesabilidad durante el electrospinning. Al principio, cuando el voltaje aplicado surtió efecto, los estudiantes fueron testigos de una transformación donde la disolución de polímero pasó de ser una gota esférica a un cono de Taylor característico, posteriormente, en pocos minutos, los estudiantes observaron la formación de fibras en el colector. Estos materiales híbridos electrospun eran visiblemente aparentes como

una capa o esterilla blanca depositada sobre la lámina de aluminio, fácilmente extraíble con espátulas y pinzas.

Todas las soluciones híbridas se procesaron mediante electrospinning, estableciendo las siguientes condiciones finales con una tensión de 12 kV, una velocidad de caudal de 0,25 mL/h, y con una distancia entre el capilar y el plato colector de 15 cm. Estas condiciones se mantuvieron constantes ya que fueron optimizadas por los alumnos durante la sesión de prácticas. En este sentido, las disoluciones con menor contenido en HA se procesaron con mayor facilidad, mientras que por el contrario la disolución con mayor contenido en HA (15CAb-50HA) al presentar una mayor viscosidad, y una tensión superficial y conductividad elevadas, presento serias dificultades, provocando la inestabilidad del cono de Taylor y el bloqueo de la aguja. Así, los estudiantes se dieron cuenta de que sólo las soluciones dentro del rango de propiedades fisicoquímicas adecuadas pueden procesarse adecuadamente mediante electrospinning. La **Figura 3** muestra las micrografías SEM, tomadas justo después de la deposición, que muestran la morfología de las nanoestructuras híbridadas obtenidas. Los estudiantes pudieron correlacionar las diferentes morfologías obtenidas con las propiedades de la solución medidas durante la primera sesión. La **Figura 3a**, correspondiente a la nanoestructura sólo con CAb obtenida a partir de la disolución 15CAb-0HA, reveló una nanoestructura homogénea formada por fibras con un tamaño medio de 0,64 μm . Por otro lado, la **Figura 3b** corresponde al sistema elaborado con una pequeña cantidad de HA (15CAb-10HA) en el que se observa como el HA distorsiona la estructura, resultando más heterogénea que la resultante con el polímero solo (**Figura 3a**), además de presentar un tamaño de fibra inferior a 0.47 μm . Finalmente, la **Figura 3c** corresponde a la disolución híbridadas elaboradas con el mayor contenido de HA (15CAb-50HA) donde se observa que el efecto anteriormente mencionado es más brusco provocando una disminución del tamaño de fibra y una estructura más heterogénea. Este fenómeno es debido a que la aplicación del campo eléctrico provocó la plastificación del cono de Taylor durante el proceso de electrospinning causando bloqueos como se ha comentado anteriormente, dando lugar a estructuras muy heterogéneas con tamaños de fibra muy pequeños. Estas morfologías pueden plantear problemas para las aplicaciones de ingeniería comentadas anteriormente, como la regeneración de tejidos. Las estructuras electrohiladas con una mezcla de fibras pequeñas y grandes a menudo dan lugar a una porosidad desigual, lo que afecta negativamente al crecimiento celular. Las propiedades arquitectónicas que requieren sistemas con una porosidad apropiada y un tamaño y geometría de poros adecuados influyen significativamente en el crecimiento celular.

Figura 3: Micrografías SEM de las nanoestructuras obtenidas a partir de disoluciones híbridadas que contienen diferentes proporciones de CAb/HA: a) 15CAb-0HA, b) 15CAb-10HA y c) 15CAb-50HA.



4.3 Resultados de las encuestas de satisfacción

Gracias al diseño experimental holístico de esta práctica de laboratorio dividido en tres partes, los estudiantes pudieron evaluar el impacto de las actividades experimentales realizadas durante el curso en su formación científica y su alfabetización en tecnología de

electrospinning. Además, gracias al trabajo en equipo realizado durante las tres sesiones prácticas, los estudiantes pudieron practicar y adquirir importantes habilidades como la comunicación, la coordinación, la complementariedad, la confianza y el compromiso. Los resultados de las encuestas posteriores a las prácticas de laboratorio se detallan en la **Tabla 4**. En particular, las altas puntuaciones de las afirmaciones nº 5, nº 6, nº 9 y nº 10 significan que los alumnos reconocieron un valor significativo en la realización de estas actividades. Esto subraya que los estudiantes adquirieron conocimientos suficientes para familiarizarse con las soluciones híbridas y la tecnología de electrospinning. Además, como indican las afirmaciones nº 2 y nº 3, relacionadas con su conocimiento y confianza en el área de contenidos, los alumnos reforzaron positivamente su formación científica. La afirmación nº 4 sugiere que la preparación y el procesamiento de soluciones híbridas mediante electrospinning fue una metodología eficaz para introducir esta novedosa tecnología en el ámbito universitario. Sin embargo, los estudiantes no relacionaron totalmente las actividades con su área académica (afirmación nº 1), concretamente en ingeniería y/o ciencia de los materiales, lo que sugiere que esta tecnología aún debe integrarse plenamente en su campo de conocimiento. Por último, algunos estudiantes percibieron que se necesitarían más de 4 horas para completar estas actividades (afirmación nº 8), lo que indica que la práctica de laboratorio podría extenderse.

Tabla 4: Declaraciones a responder en la encuesta de satisfacción de los estudiantes. * Escala Likert: muy en desacuerdo = 1, en desacuerdo = 2, algo en desacuerdo = 3, de acuerdo = 4 y muy de acuerdo = 5.

Declaración	Puntuación*
1	3.5 ± 0.7
2	4.8 ± 0.2
3	4.6 ± 0.1
4	4.7 ± 0.3
5	4.9 ± 0.2
6	4.7 ± 0.4
7	4.6 ± 0.3
8	3.4 ± 0.6
9	4.7 ± 0.4
10	4.6 ± 0.3

5. Conclusiones

En este trabajo se describo la aplicación del electrospinning híbrido, un potente método para combinar polímeros con materiales cerámicos como la hidroxiapatita (HA) para crear nanoarquitecturas complejas. Utilizando la técnica de electrospinning como ejemplo ilustrativo de ciencia y tecnología, se realizó un estudio para introducir las nanofibras e ilustrar su creación, dándose cuenta de la importancia de la motivación de los estudiantes de grado de ingeniería en el aprendizaje científico.

Mediante la preparación y caracterización de soluciones híbridas de acetato butirato de celulosa/hidroxiapatita (CAb/HA) para electrospinning, hemos dilucidado la influencia del

contenido de HA en las propiedades fisicoquímicas y la procesabilidad del electrospinning. Las soluciones híbridas preparadas presentaban viscosidad dinámica, tensión superficial y conductividad eléctrica variables, directamente correlacionadas con la concentración de HA. Estas propiedades desempeñan un papel fundamental a la hora de determinar el éxito del proceso de electrospinning, ya que una mayor concentración de HA dificulta la formación de fibras debido al aumento de la viscosidad de la solución y a la reducción de la conductividad eléctrica. Además, la morfología de las nanoestructuras electrospun varió con el contenido de HA, y las concentraciones más altas dieron lugar a estructuras más heterogéneas y a diámetros de fibra más finos. Esto pone de relieve la importancia de la optimización de los parámetros durante la electrohilatura, ya que los ajustes del voltaje aplicado, la velocidad de flujo y la distancia entre la punta y el colector influyeron significativamente en la morfología de las fibras.

Los efectos positivos de este proyecto educativo sobre la alfabetización científica en tecnología de electrospinning se evidenciaron en los comentarios de los estudiantes que participaron en las actividades experimentales. Aunque reconocieron los beneficios de estas actividades, también señalaron la necesidad de una mayor integración de la tecnología de electrospinning en los planes de estudio de ingeniería y ciencias de los materiales, ya que consideraron que se requería más tiempo para profundizar en esta tecnología. Además, aumentar el tiempo dedicado a las prácticas de laboratorio podría ofrecer a los estudiantes una introducción práctica más completa a los métodos de nanofabricación.

Como conclusión general, este estudio muestra cómo la tecnología de electrospinning puede mejorar la instrucción científica y cultivar una base de conocimientos en nanofabricación y nanotecnología, abriendo la puerta a nuevos desarrollos en aplicaciones de ingeniería y materiales multifuncionales. Una posible línea futura podría ser el desarrollo de otro proyecto que integre conocimientos obtenidos en otras asignaturas, promoviendo un enfoque interdisciplinario que enriquezca aún más la comprensión y aplicación de la tecnología de electrospinning.

Referencias

- Akbari, S., Bahi, A., Farahani, A., Milani, A.S., Ko, F., 2021. Fabrication and Characterization of Lignin/Dendrimer Electrospun Blended Fiber Mats. *Molecules* 26, 518. <https://doi.org/10.3390/molecules26030518>
- Ayode Otitoju, T., Ugochukwu Okoye, P., Chen, G., Li, Y., Onyeka Okoye, M., Li, S., 2020. Advanced ceramic components: Materials, fabrication, and applications. *J. Ind. Eng. Chem.* 85, 34–65. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2020.02.002>
- Aziz, T., Farid, A., Haq, F., Kiran, M., Ullah, A., Zhang, K., Li, C., Ghazanfar, S., Sun, H., Ullah, R., Ali, A., Muzammal, M., Shah, M., Akhtar, N., Selim, S., Hagagy, N., Samy, M., Al Jaouni, S.K., 2022. A Review on the Modification of Cellulose and Its Applications. *Polymers (Basel)*. 14, 3206. <https://doi.org/10.3390/polym14153206>
- Bal, Z., Kaito, T., Korkusuz, F., Yoshikawa, H., 2020. Bone regeneration with hydroxyapatite-based biomaterials. *Emergent Mater.* 3, 521–544. <https://doi.org/10.1007/s42247-019-00063-3>
- Bhushan, B., 2017. Introduction to Nanotechnology. pp. 1–19. https://doi.org/10.1007/978-3-662-54357-3_1
- Bognitzki, M., Czado, W., Frese, T., Schaper, A., Hellwig, M., Steinhart, M., Greiner, A., Wendorff, J.H., 2001. Nanostructured Fibers via Electrospinning. *Adv. Mater.* 13, 70–72.

[https://doi.org/10.1002/1521-4095\(200101\)13:1<70::AID-ADMA70>3.0.CO;2-H](https://doi.org/10.1002/1521-4095(200101)13:1<70::AID-ADMA70>3.0.CO;2-H)

- Costi, R., Saunders, A.E., Banin, U., 2010. Colloidal Hybrid Nanostructures: A New Type of Functional Materials. *Angew. Chemie Int. Ed.* 49, 4878–4897. <https://doi.org/10.1002/anie.200906010>
- Dodero, A., Vicini, S., Alloisio, M., Castellano, M., 2019. Sodium alginate solutions: correlation between rheological properties and spinnability. *J. Mater. Sci.* 54, 8034–8046. <https://doi.org/10.1007/s10853-019-03446-3>
- Duque Sánchez, L.M., Rodriguez, L., López, M., 2014. Electrospinning: The Nanofibers Age. *Rev. Iberoam. Polímeros Vol. Iber. Polímeros* 14, 10–27.
- Haghi, A.K., Akbari, M., 2007. Trends in electrospinning of natural nanofibers. *Phys. status solidi* 204, 1830–1834. <https://doi.org/10.1002/pssa.200675301>
- Huang, C., Niu, H., Wu, C., Ke, Q., Mo, X., Lin, T., 2013. Disc-electrospun cellulose acetate butyrate nanofibers show enhanced cellular growth performances. *J. Biomed. Mater. Res. Part A* 101A, 115–122. <https://doi.org/10.1002/jbm.a.34306>
- Jackman, J.A., Cho, D.-J., Lee, J., Chen, J.M., Besenbacher, F., Bonnell, D.A., Hersam, M.C., Weiss, P.S., Cho, N.-J., 2016. Nanotechnology Education for the Global World: Training the Leaders of Tomorrow. *ACS Nano* 10, 5595–5599. <https://doi.org/10.1021/acsnano.6b03872>
- Jones, M.G., Blonder, R., Gardner, G.E., Albe, V., Falvo, M., Chevrier, J., 2013. Nanotechnology and Nanoscale Science: Educational challenges. *Int. J. Sci. Educ.* 35, 1490–1512. <https://doi.org/10.1080/09500693.2013.771828>
- Kattimani, V.S., Kondaka, S., Lingamaneni, K.P., 2016. Hydroxyapatite—Past, Present, and Future in Bone Regeneration. *Bone Tissue Regen. Insights* 7, BTRI.S36138. <https://doi.org/10.4137/BTRI.S36138>
- Kobayashi, H., Fukuoka, A., 2013. Synthesis and utilisation of sugar compounds derived from lignocellulosic biomass. *Green Chem.* 15, 1740. <https://doi.org/10.1039/c3gc00060e>
- Martín-Alfonso, M.A., Rubio-Valle, J.F., Hinestroza, J.P., Martín-Alfonso, J.E., Franco, J.M., 2024. Environmentally friendly tailor-made oleo-dispersions of electrospun cellulose acetate propionate nanostructures in castor oil for lubricant applications. *Nano Mater. Sci.* <https://doi.org/10.1016/j.nanoms.2024.02.003>
- Martín-Alfonso, M.A., Rubio-Valle, J.F., Martín-Alfonso, J.E., Franco, J.M., 2024. Oleo-Dispersions of Electrospun Cellulose Acetate Butyrate Nanostructures: Toward Renewable Semisolid Lubricants. *Adv. Sustain. Syst.* <https://doi.org/10.1002/adsu.202300592>
- Mehta, S., Suresh, A., Nayak, Y., Narayan, R., Nayak, U.Y., 2022. Hybrid nanostructures: Versatile systems for biomedical applications. *Coord. Chem. Rev.* 460, 214482. <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2022.214482>
- Nuamcharoen, P., Kobayashi, T., Potiyaraj, P., 2021. Influence of volatile solvents and mixing ratios of binary solvent systems on morphology and performance of electrospun poly(vinylidene fluoride) nanofibers. *Polym. Int.* 70, 1465–1477. <https://doi.org/10.1002/pi.6218>
- Perez-Puyana, V., Jiménez-Rosado, M., Guerrero, A., Romero, A., 2020. Anisotropic properties of PCL/gelatin scaffolds obtained via electrospinning. *Int. J. Fract.* 224, 269–276. <https://doi.org/10.1007/s10704-020-00460-4>
- Rubio-Valle, José Fernando, Jiménez-Rosado, M., Perez-Puyana, V., Guerrero, A., Romero,

- A., 2021. Electrospun nanofibres with antimicrobial activities, in: *Antimicrobial Textiles from Natural Resources*. Elsevier, pp. 589–618. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821485-5.00020-2>
- Rubio-Valle, J.F., Martín-Alfonso, J.E., Eugenio, M.E., Ibarra, D., Oliva, J.M., Manzanares, P., Valencia, C., 2024. Bioethanol lignin-rich residue from olive stones for electrospun nanostructures development and castor oil structuring. *Int. J. Biol. Macromol.* 255, 128042. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.128042>
- Rubio-Valle, J.F., Sánchez, M.C., Valencia, C., Martín-Alfonso, J.E., Franco, J.M., 2022. Production of lignin/cellulose acetate fiber-bead structures by electrospinning and exploration of their potential as green structuring agents for vegetable lubricating oils. *Ind. Crops Prod.* 188, 115579. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.115579>
- Rubio-Valle, José F., Sánchez, M.C., Valencia, C., Martín-Alfonso, J.E., Franco, J.M., 2021. Electrohydrodynamic Processing of PVP-Doped Kraft Lignin Micro- and Nano-Structures and Application of Electrospun Nanofiber Templates to Produce Oleogels. *Polymers (Basel)*. 13, 2206. <https://doi.org/10.3390/polym13132206>
- Rubio-Valle, J. F., Valencia, C., Sánchez, M., Martín-Alfonso, J.E., Franco, J.M., 2023. Oil structuring properties of electrospun Kraft lignin/cellulose acetate nanofibers for lubricating applications: influence of lignin source and lignin/cellulose acetate ratio. *Cellulose* 30, 1553–1566. <https://doi.org/10.1007/s10570-022-04963-2>
- Rubio-Valle, J.F., Valencia, C., Sánchez, M.C., Martín-Alfonso, J.E., Franco, J.M., 2023. Upcycling spent coffee grounds and waste PET bottles into electrospun composite nanofiber mats for oil structuring applications. *Resour. Conserv. Recycl.* 199, 107261. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2023.107261>
- Sánchez-Cid, P., Rubio-Valle, J.F., Jiménez-Rosado, M., Pérez-Puyana, V., Romero, A., 2022. Effect of Solution Properties in the Development of Cellulose Derivative Nanostructures Processed via Electrospinning. *Polymers (Basel)*. 14, 665. <https://doi.org/10.3390/polym14040665>
- Seddiqi, H., Oliaei, E., Honarkar, H., Jin, J., Geonzon, L.C., Bacabac, R.G., Klein-Nulend, J., 2021. Cellulose and its derivatives: towards biomedical applications. *Cellulose* 28, 1893–1931. <https://doi.org/10.1007/s10570-020-03674-w>
- Souza, P.R., de Oliveira, A.C., Vilsinski, B.H., Kipper, M.J., Martins, A.F., 2021. Polysaccharide-based materials created by physical processes: From preparation to biomedical applications. *Pharmaceutics* 13. <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics13050621>
- Tucker, N., Stanger, J.J., Staiger, M.P., Razzaq, H., Hofman, K., 2012. The History of the Science and Technology of Electrospinning from 1600 to 1995. *J. Eng. Fiber. Fabr.* 7, 155892501200702. <https://doi.org/10.1177/155892501200702S10>



**Comunicación alineada con los
Objetivos de Desarrollo Sostenible**