RESUMEN DE PROYECTO

Mascarilla quirúrgica desarrollada a partir de micro y nanofibras de PET obtenido de botellas y otros productos desechados

Marta Baselga^{1,4}, Santiago Jiménez², Manuel Arruebo^{3,4}, Cristina Yus^{3,4}, Víctor Sebastián^{3,4} y Silvia Irusta^{3,4}

 ¹Instituto de Investigación Sanitaria Aragón, IIS Aragón, Grupo de Investigación Quirúrgica, Clínica y Experimental (GIISO2)
 ²Laboratorio de Fluidodinámica y Tecnologías de la Combustión, LIFTEC, Centro mixto CSIC-UZ
 ³Instituto de Nanociencia y Materiales de Aragón, INMA, Centro mixto CSIC-UZ
 ⁴Universidad de Zaragoza, UZ









Abreviaturas

kV: Kilovoltio
MQ: Mascarilla quirúrgica
Dp: Diámetro de partícula
DP: Presión diferencial
PET: Tereftalato de polietileno



Resumen

En el ámbito sanitario en general, y en el contexto de la actual pandemia causada por el virus SARS-CoV-2 en concreto, las mascarillas se presentan como un sistema imprescindible para la protección del usuario y la prevención de la transmisión de patógenos. Si bien existe un amplio abanico de mascarillas con eficiencia variable (desde quirúrgicas e higiénicas hasta medias máscaras de protección filtrantes), la mayor parte de los medios filtrantes comerciales basan su producción en polipropileno. Por ejemplo, las mascarillas quirúrgicas están compuestas en su totalidad – a excepción de las gomas de sujección – por polipropileno; las dos capas exteriores (habitualmente, en color azul y blanco) entrelazan grandes fibras de este polímero (18-22 µm) generando un patrón conocido como spunbond, mientras que la capa intermedia, que tiene por objetivo la retención de aerosoles, partículas y bacterias, se compone de un entramado de fibras de menor diámetro. Por su parte, las medias máscaras filtrantes catalogadas como FFP2/FFP3 presentan el mismo esquema: dos capas de spunbond y un entramado de micro y nanofibras de polipropileno conocido como meltblown. La mayor parte de los modelos de mascarilla, independientemente de su capacidad filtrante, se catalogan como 'no reutilizables' y, según las recomendaciones de los fabricantes, la vida útil del producto caduca a las 4 ó 6 horas tras un uso continuado.

Según datos del INE (2020), la población española con edad igual o superior a 6 años supone 46.440.788 habitantes. Actualmente, y a causa de la pandemia Covid-19, el uso de mascarillas es obligatorio en el territorio español, y en numerosos países a nivel internacional. Si toda la población española utilizase dos mascarillas quirúrgicas al día – adecuándose a lo recomendado durante jornadas laborales y jornadas académicas –se generaría un residuo de 232 tm/día de polipropileno – \approx 2,5 g por mascarilla – suponiendo un reciclado de gestión incierta por la incapacidad de asumir tal cantidad de residuos, lo que redunda en un incremento notable del impacto medioambiental respecto del comienzo de la pandemia. En este escenario se ha obtenido un nuevo material para la sustitución de las mascarillas quirúrgicas de polipropileno. El proyecto consiste en el desarrollo de medios filtrantes basados en micro y nanofibras electrohiladas de tereftalato de polietileno (PET) obtenido de botellas de plástico y otros productos plásticos desechados.

Mediante la combinación de diferentes tamaños de microfibra o nanofibra es posible generar medios filtrantes de un amplio espectro de eficiencias de filtrado. Habitualmente y, según la norma UNE-EN 149:2001+A1:2010, los ensayos de eficiencia de filtrado se refieren a la capacidad de retención por parte del medio filtrante de un conjunto de partículas polidispersas (NaCl o parafina) con un diámetro aerodinámico medio de 0,6 µm a un caudal de 95L/min. Bajo estas condiciones, el medio filtrante basado en nanofibras de PET supone eficiencias entre 50 y 99%, pudiendo ser utilizado para el desarrollo de medias-máscaras filtrantes tipo FFP1, FFP2 y FFP3 y, también, las mascarillas de tipo quirúrgico, que se rigen por la norma UNE-EN- 14683 y cuyos requerimientos son menos restrictivos que el caso anterior. Por otro lado, la pérdida de carga obtenida de este material es inferior tanto a la estipulada en la normativa. En comparación con el polipropileno, habitualmente utilizado en mascarillas, este material es igualmente hidrófobo, puede reciclarse y re-electrohilarse y surge a partir de plástico desechado, por lo que la carga medioambiental fruto de esta pandemia podría resultar menos agresiva.



Introducción

Los filtros de fibras son estructuras tridimensionales donde las fibras están dispuestas de forma aleatoria y los puntos de contacto entre ellas son relativamente infrecuentes, constituyendo filtros de porosidad relativamente alta. La estructura del filtro contempla una posición de las fibras perpendicular al flujo de aire. Las fibras que componen estos filtros suelen estar compuestas a partir de celulosa, vidrio, cuarzo y materiales poliméricos, como el polipropileno. Típicamente, las fibras tienen un tamaño entre 0,5 y 50 µm. Sin embargo, la tecnología actual permite obtener diámetros de fibra a escala nanométrica. teniendo como objetivo reducir la pérdida de carga y aumentar la eficiencia de filtrado.

La captura de partículas de aerosol mediante filtrado es el método más común para purificar el aire. Habitualmente, la filtración depende del transporte y la adherencia. Los mecanismos capaces de realizar transporte son el cernido, la sedimentación, la intercepción, la difusión, el impacto inercial y mecanismos de transporte combinados. Por otro lado, los mecanismos de adherencia comprenden las fuerzas de Van der Waals, fuerzas electroquímicas y por enlaces químicos. Los mecanismos dinámicos de retención de partículas varían en función de su tamaño (Figura 1). Las partículas pequeñas suelen impactar por difusión browniana, mientras que las partículas grandes se retienen por impacto inercial. El rango de tamaño intermedio, en torno a los 300 nm constituye el grupo más difícil de retener. Por tanto, la eficiencia de filtración determinada para este tamaño asegura la retención de partículas mayores o menores.



Figura 1. Eficiencia ideal teórica de los diferentes mecanismos de captura en función del tamaño de la partícula en escala logarítimica.



Métodos de validación

Eficiencia de retención

Según la norma UNE-EN 149:2001+A1 para dispositivos de protección respiratoria, se debe determinar la capacidad de retención de partículas del tejido según la norma UNE-EN 13274-7. Según este procedimiento, se debe utilizar cloruro de sodio (NaCl) o aceite de parafina como aerosol de ensayo, tomando medidas durante 30 (±3) segundos. El equipo produce una nebulización de aerosoles polidisperso, donde la distribución del tamaño de partículas sigue una distribución logarítmica normal con un diámetro aerodinámico medio de 0,6 µm en el caso del NaCl o con un diámetro medio de Stokes de 0.4 µm y una desviación estándar geométrica de 1.82, en el caso de la parafina.

La concentración de partículas penetradas (%P) se puede considerar como (Ecuación 1):

$P = C_2 / C_1 \times 100$ (Ecuación 1)

Donde, P es el porcentaje de partículas penetradas, C₂ la concentración de NaCl antes del filtro y C₁ la concentración de NaCl después del filtro.

El ensayo se ha realizado en las instalaciones y con los recursos del laboratorio LIFTEC (CSIC-UZ).

El esquema general del sistema utilizado se ilustra en la Figura 2. Se ha utilizado una solución salina para producir los aerosoles con el generador TOPAS-ATM226. Las microgotas generadas, han sido atravesadas por un secador tubular de aire basado en gel de sílice con el fin de evaporar el agua y obtener partículas sólidas. Para separar el rango de partícula deseado se ha utilizado el analizador de movilidad diferencial (DMA) TSI-3080 con un neutralizador de aerosoles TSI-3087. Las partículas seleccionadas han sido dirigidas a un caudal de 0.6 lpm mediante un tubo con una válvula integrada, pudiendo redirigir el flujo hacia el holder con el filtro o hacia el tubo sin filtro, en función de la medida deseada. Las partículas penetradas han sido contadas mediante un contador de partículas por condensación (CPC) TSI-3782.



Figura 2. Esquema general del equipo utilizado para los ensayos de penetración de partículas.



Métodos de validación

Eficiencia de retención

Se han utilizado muestras de 13.3 mm del material filtrante. El holder utilizado para la retención de la muestra consiste en un cuerpo de aluminio mecanizado, comúnmente utilizado para alojar filtros en equipos de laboratorio (Figura 3A). Las muestras de filtro han sido colocadas entre dos juntas de PTFE y el conjunto ha sido sellado por la periferia utilizando cinta de PTFE para asegurar la estanqueidad. Posteriormente, en algunos casos, se ha introducido en el diámetro interno de la junta de PTFE una segunda junta de goma (Figura 3B). El ensamblaje se ha asentado sobre una rejilla de aluminio, manteniendo la junta de goma aguas arriba, para asegurar un sistema estable.

Las mediciones han tenido una duración de 30 segundos. Se han realizado al menos dos ensayos de cada una de las medidas para contrastar los resultados obtenidos. Debido a la disparidad de cantidad de partículas en cada ensayo, se han realizado medidas pasando por el tubo sin filtro entre mediciones para poder calcular eficiencia relativa.



Figura 3. Esquema (A) del holder de muestras de filtro y (B) de la colocación de las muestras filtrantes.

Las condiciones de los ensayos para reproducir la norma UNE-EN 149:2001+A1:2010 fueron:

Flujo volumétrico: 0.6 l/min (10 cm³/s) Área del filtro: 1.39 cm² Velocidad de paso de aire: 12,74 cm/s Temperatura ambiente (20°C) y humedad ambiental (40%)



Métodos de validación

Pérdida de carga

Según la norma UNE-EN 149:2001+A1 para dispositivos de protección respiratoria, se debe determinar la pérdida de carga para asegurar una adecuada resistencia al paso de aire a través del material filtrante. Una pérdida de carga elevada puede suponer la entrada de aire por pequeños resquicios propios de defectos o la necesidad de mayor esfuerzo para obtener el volumen de aire necesario durante la respiración. La norma anterior describe los valores máximos admisibles de pérdida de carga en función del caudal (Tabla 1).

Para medir la pérdida de carga de cada muestra se han utilizado diversos equipos. En primer lugar, para determinar pérdidas de carga elevadas (>1 mbar) se ha utilizado un medidor digital de presión diferencial con doble salida, donde se han colocado dos tubos conectados a ambos laterales del holder utilizando racores rápidos. Este método se ha utilizado, especialmente, en los filtros basados en fibras de vidrio. La determinación de la pérdida de carga en valores pequeños (<1 mbar) se ha realizado utilizando columnas de alcohol, donde de nuevo los extremos libres de los tubos se han introducido en los dos racores rápidos situados a ambos laterales del holder de muestras de filtros. En función del valor de la pérdida de carga y, por ende, de la precisión necesaria, se han utilizado dos columnas de alcohol diferentes (Figura 4). El flujo de entrada de aire ha sido medido y regulado con un caudalímetro Bronkhorst a temperatura ambiente (~20°C).

Para adecuar los flujos, el tamaño de muestra utilizado ha sido de 13.3 mm de diámetro. Según la Ecuación 3, la velocidad de aire (v) viene descrita en función del caudal (Q), suponiendo éste perpendicular a la superficie del filtro, y el área de la muestra (A) como: Q=Av (Ecuación 2). Tomando A como un valor constante, v viene dada como: $v=Q/\pi$ (Ecuación 3)



Figura 4. Esquemas de (A) la columna de alcohol en pendiente, de mayor precisión y (B) la columna de alcohol en U, de menor precisión.

	UNE-EN149						
	30 L/min	95 L/min	160 L/min		U	NE-EN146	83
FFP2	0.7 mbar	2.4 mbar	3.0 mbar		Tipo I	Tipo II	Tipo IIR
FFP3	1.0 mbar	3.0 mbar	3.0 mbar	DP	40 Pa/cm ²	40 Pa/cm ²	60 Pa/cm ²

Tabla 1. Pérdidas de carga máximas admisibles según las normas UNE-EN149:2001+A1 y UNE-EN 14683.



Desarrollo de los materiales

La mascarilla está compuesta de tres capas: dos capas externas -situadas en los lados interno y externo- y un medio filtrante como capa intermedia. Las dos capas protectoras no presentan apenas pérdida de carga, pero sí elevada hidrofobicidad. Estos materiales se han desarrollado en las instalaciones y con los recursos del Instituto de Nanociencia y Materiales de Aragón y del Instituto de Investigación Sanitaria Aragón. Ambos tejidos han sido producidos mediante técnicas de electrohilado (Figura 5).



Figura 5. Electrospinner Y-Flow 2.2.5.



Caracterización

Análisis microscópico



Figura 6. Fibras del medio filtrante vistas al CSEM-FEG INSPECT F50 a diferentes aumentos.



Figura 7. Fibras de las capas protectoras vistas al CSEM-FEG INSPECT F50 a diferentes aumentos.



Caracterización

Ángulo de contacto

El carácter hidrofóbico de los materiales ha sido analizado midiendo el ángulo de contacto. Los resultados se detallan a continuación (Tabla 2):

Material	AC promedio
Capa externa MQ	123.85 °
Medio filtrante MQ	121.02 °
Capa externa PET	131.35 °
Medio filtrante PET	126.40 °

Tabla 2. Ángulos de contacto obtenidos.

Los materiales presentan una hidrofobidad superior a los utilizados en las mascarillas quirúrgicas de uso habitual.

Se han realizado cuatro medidas por cada material, de manera que se presenta el promedio de cada uno. Los resultados sugieren que la nueva mascarilla quirúrgica presentará mayor repulsión al agua respecto a la actual.



Figura 8. Ángulo de contacto de los materiales obtenidos comparados con una mascarilla quriúrgica estándar.



Eficiencia de filtrado

El tejido presenta una eficiencia de retención superior al 98% ante partículas de entre 0.5 y 10 μ m y del 100% para partículas de 3 μ m (Figura 9)*. La pérdida de carga se encuentra entre 0.36 y 0.52 mbar. Respecto a la mascarilla quirúrgica actual, el tejido basado en PET presenta mejor comportamiento en la retención de partículas finas y gruesas.





*Estos son los diámetros de aerosol utilizados en la norma de las mascarillas quirúrgicas, por lo que el tejido cumple con todas las especificaciones requeridas en la UNE-EN 14683.



Eficiencia de filtrado

Una vez obtenidos los filtros, se evaluó su deterioro en el tiempo. De entre las pruebas realizadas, el mejor almacenaje resultó ser en una bolsa de plástico a temperatura ambiente. Aún así, existe una ligera pérdida en la eficiencia de filtrado aunque, mediante microscopía electrónica de barrido, no se aprecia un deterioro significativo en la estructura de las fibras (Figura 10). Sin embargo, realizando ensayos con tamaños de partícula de entre 1 y 10 μ m, no se observa una reducción de la eficiencia de filtrado. Esto se asocia al mecanismo de retención de partículas.







Reciclaje del material

Las mascarillas basadas en PET pueden ser re-electrohiladas sin afectar las propiedades del polímero. En la Figura 11, se aprecia la eficiencia de filtración de partículas finas de una muestra de material disuelto y re-electrohilado bajo las mismas condiciones. Se aprecia cierta variabilidad. Sin embargo, esta dispersión es habitual, debido a dificultad en la reproducibilidad de materiales. Ante partículas finas, se aprecia una diferencia notable. Ante partículas gruesas, no existe diferencia.



Figura 11. Eficiencia de filtrado de la muestra inicial y la muestra electrohilada.



Secado de las muestras

Tras el electrohilado de los tejidos, es preciso mantenerlos secándose para evaporar el reactivo residual. En este sentido, se han analizado diversos métodos.

La técnica ideal para secar el tejido es mantenerlo a 37°C durante, al menos 4 horas. La exposición a temperaturas superiores a 80°C deteriora las fibras del material (Figura 12) y reducen su capacidad filtrante.

Además, el tejido obtenido presenta una resistencia mecánica adecuada para su aplicación en mascarillas quirúrgicas.



Figura 12. Fibras de PET expuestas a 80°C (A-B) y conservadas a temperatura ambiente (C-D). La flecha indica deterioros.



Prototipo



Figura 13. Mascarilla de PET y mascarilla quirúrgica.

Figura 14. Capas de la mascarilla de PET.

Financiación

Este proyecto ha sido parcialmente financiado en 2020 por el Instituto de Investigación Sanitaria de Aragón como parte del desarrollo del proyecto 'Adaptación de mascarillas de terapia respiratoria en EPIs de protección: Mascarillas IIS-1 e IIS-2', en el marco de la convocatoria intramural 'Acción de apoyo del IIS Aragón Covid-19'



Este proyecto ha sido parcialmente financiado en 2020 por la Universidad de Zaragoza "Métodos de prevención, escalables y a bajo costo para la contención del SARS-CoV-2 en comunidades de bajos ingresos en Quezon City y Lagonoy (República de Filipinas)", tratándose éste de un proyecto financiado con 21.500 € por la Universidad de Zaragoza dentro del marco de: Convocatoria de ayudas para proyectos e iniciativas de cooperación al desarrollo en el ámbito Universitario Universidad de Zaragoza, 2020.



Equipo



Marta Baselga



Santiago Jiménez





Manuel Arruebo Víctor Sebastián Cristina Yus Silvia Irusta

RESUMEN DE PROYECTO

Mascarilla quirúrgica desarrollada a partir de micro y nanofibras de PET obtenido de botellas y otros productos desechados

Marta Baselga^{1,4}, Santiago Jiménez², Manuel Arruebo^{3,4}, Cristina Yus^{3,4}, Víctor Sebastián^{3,4} y Silvia Irusta^{3,4}

 ¹Instituto de Investigación Sanitaria Aragón, IIS Aragón, Grupo de Investigación Quirúrgica, Clínica y Experimental (GIISO2)
 ²Laboratorio de Fluidodinámica y Tecnologías de la Combustión, LIFTEC, Centro mixto CSIC-UZ
 ³Instituto de Nanociencia y Materiales de Aragón, INMA, Centro mixto CSIC-UZ
 ⁴Universidad de Zaragoza, UZ







