



INFORME INTERMEDIO DE PROYECTOS COORDINADOS DE I+D+i

Como paso previo a la realización del informe, se ruega lean detenidamente las instrucciones de elaboración de los informes de seguimiento científico-técnico de proyectos disponible al final de este informe.

Se recomienda leer atentamente la información solicitada en los distintos apartados del informe, revisar la memoria y el presupuesto solicitado inicialmente y justificar adecuadamente todas aquellas actividades o gastos que haya sido necesario realizar para la consecución de los objetivos y que no estuvieran previstos o suficientemente detallados en la memoria inicial

A. Datos de coordinación

Nota: Relacione los subproyectos que participan en el proyecto coordinado

Proyecto coordinador (1)	Referencia de proyecto: MAT2014-59116-C2-1-R
Investigador Principal 1	Francisco Javier González Benito
Investigador Principal 2*	
Entidad	
Centro	
Subproyecto (2)	Referencia de proyecto: MAT2014-59116-C2-2-R
Investigador Principal 1	Gustavo González Gaitano
Investigador Principal 2*	
Entidad	
Centro	

Nota: Cree tantas tablas como subproyectos formen parte de proyecto coordinado.

* Rellenar si procede.

B. Datos del subproyecto

Relacione los datos actuales del subproyecto. En caso de que haya alguna modificación, indíquelo en la casilla B2

B1. Datos del proyecto		
Referencia proyecto	MAT2014-59116-C2-1-R	
Título	MATERIALES NANOCOMPUESTOS TERMOPLASTICOS CON PROPIEDADES ANTIMICROBIANAS CON POTENCIALES APLICACIONES EN LA INDUSTRIA AGROALIMENTARIA	
Investigador Principal 1	Francisco Javier González Benito	
IP1	Researcher ID: 50083424G	Código Orcid: 0000-0002-8864-0971
Investigador Principal 2*		
IP2	Researcher ID:	Código Orcid:
Entidad	Universidad Carlos III de Madrid	
Centro	Escuela Politécnica Superior	
Fecha de inicio	01/01/2015	
Fecha final	31/12/2017	
Duración	3 años	
Total concedido	54.450,00 €	

* Rellenar si procede.

B2. Descripción de modificaciones en los datos iniciales del subproyecto (Cambio de IP, entidad, centro, modificación del periodo de ejecución...)

No hay modificaciones



C. Personal activo en el subproyecto

Tiene que relacionar la situación de todo el personal de las entidades participantes que haya prestado servicio en el proyecto en el periodo que se justifica, o que no haya sido declarado anteriormente, y cuyos costes (dietas, desplazamientos, etc.) se imputen al mismo.

C1. Equipo de investigación

Incluido en la solicitud original

	Nombre	NIF/NIE	Función en el proyecto	Fecha de baja	Observaciones
1	Francisco Javier González Benito	50083424G	Coordinación de proyecto y soporte técnico-científico		
2	Dania Olmos Díaz	03467678Z	Soporte técnico-científico		

No incluido en la solicitud original

	Nombre	NIF/NIE	Función en el proyecto	Fecha de alta	Fecha de baja	Observaciones
1						
2						

C2. Equipo de Trabajo

	Nombre	NIF/NIE	Función en el proyecto	Fecha de alta	Fecha de baja	Observaciones
1	Edwin Ariel Segura González	Y0602617P	Soporte técnico			
2	Freddy Ariel Sánchez Ruiz	Y2020690Q	Soporte técnico			
3	Ricardo Brandão Vieira	FW574700	Soporte técnico		01-01-2016	
4	Maja Kuzmanovic	Y3076980P	Soporte técnico			
5	Jorge Teno Díaz		Soporte técnico y realización de tesis doctoral	18-06-2015		

Nota: Cree tantas filas como necesite

La solicitud de "Altas" y "Bajas" de nuevos investigadores en el **equipo de investigación** deben tramitarse de acuerdo con las **instrucciones de ejecución y justificación** expuesta en la página web del ministerio. La incorporación de personal que participe en el proyecto en el **equipo de trabajo** no necesita autorización por parte del ministerio, pero su actividad debe incluirse y justificarse en este informe.

D. Informe de progreso y resultados del proyecto coordinado

D1. Desarrollo de los objetivos planteados en el proyecto coordinado (a rellenar por el proyecto coordinador). Describa los objetivos del proyecto coordinado y el grado de cumplimiento de los mismos (porcentaje estimado respecto al objetivo planteado señalando la participación de los subproyectos en su desarrollo). **Extensión máxima 3 páginas**

Objetivo 1: Preparación	de	Progreso y consecución del objetivo 1 Por el momento se han preparado	Subproyectos implicados: Subproyecto 1
-----------------------------------	----	--	---



materiales	<p>materiales a partir de matrices poliméricas: Poli (etilen-co-vinil acetato), EVA, polietileno de baja densidad, LDPE, polifluoruro de vinilideno, PVDF, y polisulfona, PSF; y nanocompuestos con algunas de las nanopartículas propuestas en el proyecto sin modificar, nanopartículas de TiO_2 (PVDF/TiO_2, PSF/TiO_2, EVA/TiO_2) y nanotubos de carbono (LDPE/CNT). En particular tres han sido los métodos empleados: "solution blow spinning" (obtención de films a partir del soplado de una disolución o suspensión); "casting" o evaporación de disolvente y molienda mecánica de alta energía.</p> <p>Se ha procedido a la modificación de nanopartículas de TiO_2 con ciclodextrinas, utilizando diversos procedimientos (ataque oxidante, ácido y alcalino) y funcionalización en medio orgánico.</p>	Subproyecto 2
Objetivo 2: Caracterización de materiales	<p>Hasta el momento se han realizado estudios sobre la estructura; morfología o microestructura, topografía, energía superficial y propiedades térmicas de los materiales preparados por los métodos mencionados en el Progreso y consecución del objetivo 1.</p> <p>Se ha caracterizado el comportamiento de fases, agregación y gelificación de tres poloxaminas: T904, T1107 y T1307, así como su estructura. Se han caracterizado las nanopartículas comerciales de TiO_2 y su interacción con las poloxaminas en diversos disolventes. Se ha explorado la interacción de las poloxaminas con ácido benzoico (conservante E-210).</p>	Subproyecto 1 Subproyecto 2
Objetivo 5: Estudio de proliferación de microorganismos sobre la superficie de los materiales preparados	<p>Se ha realizado el estudio del proceso de adsorción de algunos microorganismos como las bacterias Streptococcus mutans sobre PVDF, PVDF/TiO_2 y las bacterias Escherichia coli sobre LDPE, LDPE/CNT, EVA, EVA/TiO_2</p>	Subproyecto 1
Objetivo 6: Entender el mecanismo por el cual en cada caso se reduce o no la proliferación de	<p>A partir de las correlaciones realizadas entre los resultados de caracterización y los de adhesión de microorganismos se ha podido llegar a alguna conclusión relativa al mecanismo asociado al proceso de generación de los "biofilms" estudiados.</p>	Subproyecto 1



microorganismos sobre la superficie de los materiales bajo estudio		
--	--	--

Nota: Cree tantas filas como necesite

D2. Actividades realizadas relacionadas con la coordinación del proyecto (a rellenar por el proyecto coordinador)

Describa las **actividades de coordinación** realizadas para alcanzar los objetivos planteados en el proyecto. Indique para cada actividad los subproyectos implicados. **Extensión máxima 1 página.**

- ✓ Se realizó una reunión de coordinación el 14/07/2015 en la Universidad Carlos III de Madrid (asistentes subproyecto 1: Dania Olmos Díaz, Jorge Teno Díaz, Francisco Javier González Benito y asistentes de subproyecto 2: José Ramón Isasi Allica).
 - ✓ De acuerdo con lo que se fijó en la memoria científico técnica (Apartado C1, "Mecanismos de Coordinación"), se ha realizado el workshop anual, que tuvo lugar en la Universidad de Navarra el 20 de junio de 2016 con el siguiente programa:
 - 12.00 Visita al departamento de Química
 - 13.30 Comida
 - 15.45 Seminarios
 - Seminario 1: Preparación a partir de *solution slow spinning* de nuevos materiales termoplásticos con potenciales aplicaciones en medicina (Jorge Teno, UC3M)
 - Seminario 2: Modificación de Fibras de Basalto con potencial aplicación como material de refuerzo en composites de hormigón (Morena Iorio, UC3M)
 - Seminario 3: Modificación de nanopartículas de TiO₂ para su incorporación en matrices termoplásticas e hidrogeles (Pablo Monreal, UN)
- En dicho workshop se presentaron los resultados más relevantes hasta la fecha, y se discutieron los futuros objetivos a corto y medio plazo en relación con el proyecto. Asimismo, se aprovechó para realizar algunas medidas exploratorias de varios films mediante espectroscopía de FTIR-ATR en las instalaciones de la UN.
- ✓ Contactos quincenales vía telefónica o telemática para supervisión de actividades y resultados.

Nota: Los apartados D1 y D2 deben ser cumplimentados por el proyecto que coordina, pero debe **incluirse** también en los informes de los subproyectos que forman parte del proyecto coordinado.

E. Informe de progreso y resultados del subproyecto

E1. Desarrollo de los objetivos planteados en el subproyecto

Describa los objetivos del subproyecto y el grado de cumplimiento de los mismos (porcentaje estimado respecto al objetivo planteado). **Extensión máxima 3 páginas**

<p>Objetivo 1: Preparación de materiales: i) modificación de las nanopartículas seleccionadas; ii) dispersión de nanopartículas en las matrices poliméricas seleccionadas y iii) obtención del material final (nanocompuesto).</p>	<p>Progreso y consecución del objetivo 1 Hasta el momento se han preparado aproximadamente tan sólo un 30% de los materiales planteados. Sin embargo, lo más complicado que era la optimización del proceso de preparación está prácticamente superado.</p>
<p>Objetivo 2: Caracterización de materiales: i) Estructura; ii) morfología o microestructura; iii) propiedades (térmicas, ópticas, mecánicas, etc.).</p>	<p>Progreso y consecución del objetivo 2 Este objetivo está cumplido aproximadamente en el mismo porcentaje que el anterior (60%) pues la caracterización se ha realizado para los materiales preparados.</p>



<p>Objetivo 3: Estudio del proceso de liberación controlada de agentes activos (conservantes E-210 y E-213).</p>	<p>Progreso y consecución del objetivo 3 0%</p>
<p>Objetivo 4: Estudio del comportamiento en servicio de los materiales preparados: Degradación (absorción de agua, oxidación, etc.).</p>	<p>Progreso y consecución del objetivo 4 0%</p>
<p>Objetivo 5: Estudio de proliferación de microorganismos sobre la superficie de los materiales preparados.</p>	<p>Progreso y consecución del objetivo 5 Se ha realizado para la mayoría de los materiales preparados (30%).</p>
<p>Objetivo 6: Entender el mecanismo por el cual en cada caso se reduce o no la proliferación de microorganismos sobre la superficie de los materiales bajo estudio.</p>	<p>Progreso y consecución del objetivo 6 Se ha realizado para la mayoría de los materiales preparados (30%).</p>

Nota: Cree tantas filas como necesite

E2. Actividades realizadas y resultados alcanzados por el subproyecto para la consecución de los objetivos del proyecto coordinado.

Describe las actividades científico-técnicas realizadas para alcanzar los objetivos planteados en el proyecto coordinado. Indique para cada actividad los miembros del equipo del subproyecto que han participado. Extensión máxima 2 páginas

<p>Actividad 1: Con objeto de controlar el empleo de la espectroscopía infrarroja para realizar estudios estructurales en materiales nanocompuestos así como de la dinámica macromolecular en las matrices poliméricas bajo el efecto de la presencia de nanopartículas, se hizo un estudio concreto del efecto de la presencia de nanopartículas de TiO₂ en la dinámica de poliácido láctico, PLA. Para ello se utilizó la absorbancia de algunas bandas del PLA, la energía promedio asociada a dichas bandas ($\langle \nu \rangle$, cm⁻¹) y se rutilizó lo que se denomina espectroscopía de correlación infrarroja en dos dimensiones "two-dimensional infrared (2D IR) correlation spectroscopy", en función de la temperatura y del contenido de TiO₂ (0, 1, 5 and 10 % en peso). A partir del análisis de las absorbancias integradas de las bandas centradas a 4770 y 4725 cm⁻¹, asociadas a fase amorfa, se identificaron con claridad transiciones térmicas asociadas a la transición vítrea (a 64 °C) y a la cristalización en frío (a 123 °C). La banda centrada a 4440 cm⁻¹, relacionada con la formación de regiones cristalinas, mostró mejor definición de las transiciones térmicas mientras que las bandas a 4307 y 4255 cm⁻¹ asignadas a los modos de combinación de balanceo C-H mostraron cambios bruscos, lo que sugiere que las transiciones ocurren debido a cambios conformacionales de la cadena principal. La evolución de la absorbancia integrada de diferentes bandas en los materiales nanocompuestos PLA/TiO₂ en</p>	<p>Miembros del equipo participantes: Francisco Javier González Benito Edwin Ariel Segura González Jorge Teno</p>
--	---



<p>función de la temperatura, señalan la presencia de interacciones específicas entre los grupos C=O y las nanopartículas de TiO₂. Este efecto se observa por encima de un 1% en peso de nanopartículas mientras que para mayores contenidos no es posible detectar transiciones térmicas debido a la dispersión de los datos.</p>	
<p>Actividad 2: Preparar, caracterizar y analizar propiedades bactericidas de materiales nanocompuestos basados en EVA relleno con nanopartículas de TiO₂. En particular se prepararon películas mediante “casting” de material nanocompuesto con diferentes composiciones en tanto por ciento en peso de TiO₂ para posteriormente realizar un estudio de caracterización (morfología y dispersión de partículas por microscopía electrónica de barrido, propiedades térmicas, termodegradación y transiciones térmicas, estructura mediante espectroscopia infrarroja, propiedades superficiales a partir del estudio de mojabilidad y determinación de energías de superficie. Finalmente se analizó el comportamiento bactericida de los materiales en función de la presencia y cantidad de nano partículas de TiO₂ y se discutió la relación existente entre propiedades de los materiales y su posterior efecto bactericida. La microscopía electrónica de barrido (Figura 1) y el recuento bacteriano por cultivo en placa Petri (Figura 2) evidenció el efecto bactericida por parte de la presencia de las nanopartículas de TiO₂. Los resultados en conjunto sugirieron que las nanopartículas de TiO₂ ejercen un efecto directo sobre el propio desarrollo metabólico de las bacterias.</p>	<p>Miembros del equipo participantes: Francisco Javier González Benito Freddy Ariel Sánchez Ruiz Edwin Ariel Segura González</p>
<p>Actividad 3: Se prepararon materiales nanocompuestos de LDPE rellenos con nanotubos de carbono de pared múltiple a partir de un proceso compuesto de dos pasos: i) una premezcla por molienda mecánica de bolas, HEBM, y un posterior prensado en caliente. Se estudió tanto el efecto del proceso de molienda como el de la presencia de los CNT en algunas de las propiedades físicas de los materiales así como su eficiencia antimicrobiana asociada a la bacteria DH5α Escherichia Coli. La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier, FTIR, reveló la no existencia de cambios estructurales en el polímero ni por la molienda ni por la presencia de CNT (Figura 3). La calorimetría diferencial de barrido, DSC, mostró pequeñas diferencias en función del tipo de material debido a pequeños cambios en la cristalización del LDPE (Figura 4). Estos resultados se asociaron al proceso de molienda más que a la presencia de CNT. La presencia de tan sólo un 1% wt de CNT aumento la rigidez y la hidrofobicidad del LDPE. Este último efecto se asoció a la presencia de CNT en la superficie del material haciendo disminuir la componente polar a la energía libre superficial del material. Se pudo observar una correlación entre desarrollo de biofilm (Figura 5) y tamaño y forma de células adsorbidas de DH5α E. Coli (Figura 6), indicando que la presencia de CNT aumenta el efecto biocida disminuyendo la adhesión de las bacterias y cambiando su metabolismo.</p>	<p>Miembros del equipo participantes*: Francisco Javier González Benito Freddy Ariel Sánchez Ruiz Edwin Ariel Segura González Dania Olmos Díaz</p>
<p>Actividad 4: Puesta a punto del proceso de “solution blow spinning” mediante el empleo de un aerógrafo comercial (Figura 7).</p>	<p>Miembros del equipo participantes*: Francisco Javier González Benito Jorge Teno Díaz</p>



<p>Actividad 5: Se prepararon materiales nanocompuestos basados en PVDF rellenos con nanopartículas de TiO_2 con potenciales propiedades bactericidas realizando una caracterización asociada a sus propiedades superficiales y de adhesión de la bacteria <i>Streptococcus Mutans</i>, <i>S. Mutans</i>. El método de “solution blow spinning”, SBS, se utilizó de manera satisfactoria para preparar films formados por fibras de los materiales nanocompuestos PVDF/TiO_2 con buena dispersión de las nanopartículas (Figuras 8 y 9). Los materiales nanocompuestos se prepararon variando el contenido de nanopartículas (0%, 1%, 2%, 5% y 10 % en peso). Para entender la influencia de la presencia de las nanopartículas de TiO_2 y las propiedades superficiales finales en la adhesión de las células de <i>S. Mutans</i> a la superficie de los materiales, se llevó a cabo una profunda caracterización enfocada al estudio morfológico a nanoescala, de la rugosidad, la energía libre superficial a partir de medidas de ángulo de contacto, y adhesión celular mediante espectroscopía de fuerzas sobre una sola célula, “single cell force spectroscopy”. Se observó que la dispersión uniforme de las nanopartículas provenía de la incursión de las mismas en el interior de las fibras formadas durante el proceso de SBS (Figura 9). El contenido de TiO_2 influyó en la topografía de los films obtenidos debido al efecto directo de la velocidad de evaporación del disolvente. Aunque este factor condicionó enormemente la rugosidad de las muestras y por tanto la energía libre superficial, se pudo concluir a partir de los datos de la espectroscopía de fuerzas sobre células (Figuras 10 y 11) que la adhesión de la bacteria <i>S-Mutant</i> sobre los sustratos dependía más de interacciones específicas con los grupos polares de la superficie del material.</p>	<p>Miembros del equipo participantes*: Francisco Javier González Benito Jorge Teno Díaz</p>
<p>Actividad 6: Se prepararon materiales nanocompuestos basados en polisulfona rellenos con nanopartículas de TiO_2 con potenciales propiedades bactericidas. En particular se prepararon diferentes materiales variando en contenido en nanopartículas de TiO_2. Se realice una caracterización basada en el estudio morfológico de los materiales a nanoescala, de la rugosidad y la energía libre superficial mediante la medida de ángulos de contacto. Al final se realice una discusión sobre la relación existente entre la presencia de nanopartículas, la rugosidad, la mojabilidad y la energía libre superficial. Se pudo demostrar que el método de SBS es muy bueno a la hora de obtener films fibrilares de materiales nanocompuestos polisulfona/TiO_2 nanocomposites en los que existe una dispersión uniforme de las nanopartículas (Figuras 12 y 13). Se observó que la dispersión uniforme de las nanopartículas provenía de la incursión de las mismas en el interior de las fibras formadas durante el proceso de SBS (Figura 13). La topografía de los films estuvo muy influida por el contenido en TiO_2. Se observó una clara correspondencia entre los valores de rugosidad y la energía libre superficial (Figura 14) señalando que las propiedades de las superficies están más asociadas a las características topográficas que la propia presencia de las nanopartículas.</p>	<p>Miembros del equipo participantes*: Francisco Javier González Benito Jorge Teno Díaz</p>

Nota: Cree tantas filas como necesite. En caso de incluir figuras, cítelas en el texto e insértelas en la última página

*Resalte en negrita las actividades realizadas por el /los IPs



E3. Problemas y cambios en el plan de trabajo

Describe las dificultades y/o problemas que hayan podido surgir durante el desarrollo del subproyecto. Indique cualquier cambio que se haya producido respecto a los objetivos o el plan de trabajo inicialmente planteados, así como las soluciones propuestas para resolverlos. Extensión máxima 1 página

No se han encontrado problemas significativos. Quizás quepa mencionar la introducción de un nuevo método de preparación de los materiales muy novedoso y que está facilitando mucho la tarea de preparación de films con la ventaja de además de poderse utilizar para realizar recubrimientos de manera directa en el empaquetado de alimentos. Además, este método de procesado permite la obtención de materiales fibrilares y porosos con microestructuras complejas extraordinariamente interesantes para su posterior aplicación en obtención de sustratos “scaffolds” para ingeniería de tejidos y muchas otras aplicaciones biomédicas. En principio, se ha pensado en sustituir en la mayoría de los casos el método de preparación de materiales por casting por este nuevo método pues, al fin y al cabo, implica también la preparación de disoluciones y posterior evaporación de un disolvente y además está dando mejores resultados en cuanto a la dispersión de nanopartículas en el interior de las matrices poliméricas.

Por otro lado, el inicio del proyecto se tuvo que retrasar debido al retraso en la recepción de la financiación concedida.

Nota: Si es el subproyecto que coordina, rellene en este apartado también los problemas o cambios en el plan de trabajo relacionados con la coordinación del proyecto

E4. Colaboraciones con otros grupos de investigación directamente relacionadas con el subproyecto.

Señale la participación del subproyecto en su desarrollo. Relacione las colaboraciones con otros grupos de investigación y el valor añadido que aportan al subproyecto y al proyecto coordinado. Describa, si procede, el acceso a equipamientos y/o infraestructuras de otros grupos o instituciones.

Se estableció una colaboración con la Biosystems and Biomaterials Division del National Institute of Standards and Technology, NIST (U.S. Department of Commerce, Gaithersburg, Maryland, EE.UU). En particular con el Grupo de Biomateriales bajo la supervisión de los Doctores Sheng Lin-Gibson y Martin Chiang. Dicha colaboración se logró gracias a la obtención de una ayuda “Estancias de movilidad de profesores e investigadores seniores en centros extranjeros de enseñanza superior e investigación, incluido el Programa Salvador de Madariaga 2015” por parte del Dr. Francisco Javier González Benito, IP del proyecto coordinado. La estancia permitió conocer en profundidad la técnica de preparación de materiales por “solution blow spinning” así como la de espectroscopía de fuerzas de una sola célula pudiéndose así realizar estudios con mucha precisión de las fuerzas de adhesión de células con diferentes sustratos. Además de lo anterior dicha estancia permitió utilizar gran parte de las infraestructuras del NIST como por ejemplo: un microscopio de emisión de campo Zeiss Ultra 60 (FE-SEM) equipado con un sistema de espectroscopia de rayos X (XEDS, con un detector Oxford 80 mm² X-Max silicon drift) para realizar microanálisis; un interferómetro de luz blanca New ViewTM 7300 3D Optical Surface Profiler (Zygo) y un microscopio de fuerza atómica, AFM, Bioscope II (Veeco Instruments) para realizar los experimentos de adhesión con una sola célula. Gracias a esta colaboración se pudieron realizar con éxito gran parte de la investigación asociada a las actividades 4 y 5 descritas en el apartado E2.

E5. Colaboraciones con empresas o sectores socioeconómicos directamente relacionadas con el subproyecto

Relacione las colaboraciones del subproyecto con empresas o sectores socioeconómicos y el valor añadido que aportan al subproyecto y al proyecto coordinado señalando la transferencia de conocimientos o resultados del mismo.



E6. Actividades de formación y movilidad de personal directamente relacionadas con el subproyecto

Indique las actividades de formación y movilidad de personal relacionadas con el desarrollo del subproyecto. Además, si procede, debe indicar las actividades realizadas en colaboración con otros grupos o con actividades de formación en medianas o grandes instalaciones.

	Nombre	Tipo de personal (becario, técnico, contratado con cargo al subproyecto, posdoctoral, otros)	Descripción de las actividades de formación o motivo de la movilidad
1			
2			

Nota: Cree tantas filas como necesite

E7. Actividades de internacionalización y otras colaboraciones relacionadas con el subproyecto

Indique si el subproyecto ha colaborado con otros grupos internacionales. Consigne si ha concurrido, y con qué resultado, a alguna convocatoria de ayudas (proyectos, formación, infraestructuras, otros) de programas europeos y/o otros programas internacionales, en temáticas relacionadas con la del proyecto coordinado. Indique el programa, socios, países y temática y, en su caso, financiación recibida.

Se estableció una colaboración con la Biosystems and Biomaterials Division del National Institute of Standards and Technology, NIST (U.S. Department of Commerce, Gaithersburg, Maryland, EE.UU). En particular con el Grupo de Biomateriales bajo la supervisión de los Doctores Sheng Lin-Gibson y Martin Chiang. Dicha colaboración se logró gracias a la obtención de una ayuda "Estancias de movilidad de profesores e investigadores seniores en centros extranjeros de enseñanza superior e investigación, incluido el Programa Salvador de Madariaga 2015" por parte del Dr. Francisco Javier González Benito, IP del proyecto coordinado. La estancia permitió conocer en profundidad la técnica de preparación de materiales por "solution blow spinning" así como la de espectroscopía de fuerzas de una sola célula pudiéndose así realizar estudios con mucha precisión de las fuerzas de adhesión de células con diferentes sustratos. Además de lo anterior dicha estancia permitió utilizar gran parte de las infraestructuras del NIST como por ejemplo: un microscopio de emisión de campo Zeiss Ultra 60 (FE-SEM) equipado con un sistema de espectroscopia de rayos X (XEDS, con un detector Oxford 80 mm² X-Max silicon drift) para realizar microanálisis; un interferómetro de luz blanca New ViewTM 7300 3D Optical Surface Profiler (Zygo) y un microscopio de fuerza atómica, AFM, Bioscope II (Veeco Instruments) para realizar los experimentos de adhesión con una sola célula. Gracias a esta colaboración se pudieron realizar con éxito gran parte de la investigación asociada a las actividades 4 y 5 descritas en el apartado E2.

F. Difusión de los resultados del subproyecto

Relacione **únicamente** los resultados derivados **del subproyecto** especificando aquellas que son resultado de la colaboración entre los subproyectos del **proyecto coordinado**.

F1. Publicaciones científico-técnicas (SCI) y patentes directamente derivadas de los resultados del subproyecto. Indicar si las patentes están licenciadas y/o en explotación.

Autores, título, referencia de la publicación...*

1. AUTORES: R. Serra-Gómez, J.M. Martínez-Tarifa, J. González-Benito, G. González-Gaitano
Título: Structure and Rheology of Poloxamine T1107 and Its Nanocomposite Hydrogels with Cyclodextrin-Modified Barium Titanate Nanoparticles.
REVISTA/LIBRO: Langmuir
VOLUMEN: 32 PÁGINAS, INICIAL: :6398- FINAL: 6408 FECHA: 2016
2. AUTORES: R. Serra-Gómez, J.M. Martínez-Tarifa, J. González-Benito, G. González-Gaitano
Título: Cyclodextrin-grafted Barium Titanate Nanoparticles for improved dispersion and stabilization in water-based systems.
REVISTA/LIBRO: Journal of Nanoparticle Research
VOLUMEN: 18:24 PÁGINAS, INICIAL: 1 FINAL: 16 FECHA: 2016

*Resalte en negrita las realizadas por el /los IPs



F2. Asistencia a congresos, conferencias o workshops relacionados con el subproyecto.

Nombre del congreso, tipo de comunicación (invitada, oral, póster), autores.

1. Autores: Jorge Teno, Edwin Ariel Segura, Javier Gonzalez-Benito
Título: **Accurate Evaluation of Dynamics and Specific Interactions in PLA/TiO₂ Nanocomposites**
Tipo de participación: Comunicación Oral
Congreso: **Advances in Materials & Processing Technologies Conference.**
Entidad Organizadora: Universidad Carlos III de Madrid
Lugar de Celebración: Leganés-Madrid (España)
Fecha: 14-17 diciembre (2015)
2. Autores: Jorge Teno, Dania Olmos, Javier Gonzalez-Benito
Título: **Spectroscopic Tools to Study and Interpret Macromolecular Dynamics at a molecular scale**
Tipo de participación: KeyNote (presentación oral invitada)
Congreso: **International Conference and Exhibition on Materials Chemistry.**
Entidad Organizadora: OMICS International Conferences
Lugar de Celebración: Valencia (España)
Fecha: 31 marzo-01 abril (2016)
3. Autores: J. González-Benito, E. Benigno, B. Enciso, D. Olmos, G. González-Gaitano
Título: **Nanocomposites Based on LDPE Filled with Carbon Nanotubes and their Potential Bactericide Activity**
Tipo de participación: presentación oral
Congreso: **XIV Congreso Nacional de Materiales**
Entidad Organizadora: Universidad de Oviedo
Lugar de Celebración: Gijón (España)
Fecha: 08 – 10 junio (2016)
4. Autores: J. González-Benito, J. Teno, Shanhong Xu and M. Y. Shiang
Título: **Nanocomposites Based on Polysulfone Filled with TiO₂ prepared by Solution Blow Spinning**
Tipo de participación: Póster
Congreso: **XIV Congreso Nacional de Materiales**
Entidad Organizadora: Universidad de Oviedo
Lugar de Celebración: Gijón (España)
Fecha: 08 – 10 junio (2016)
5. Autores: D. Olmos, G. Pontes-Quero, G. González-Gaitano, J. González-Benito
Título: **Antimicrobial materials based on LDPE filled with silver nanoparticles with potential uses in food industry**
Tipo de participación: Presentación Oral
Congreso: **XIV Congreso Nacional de Materiales**
Entidad Organizadora: Universidad de Oviedo
Lugar de Celebración: Gijón (España)
Fecha: 08 – 10 junio (2016)

F3. Tesis doctorales finalizadas relacionadas con el proyecto

Nombre del doctor, director de tesis, título, calificación, organismo...

Nombre del doctor: Edwin Ariel Segura González

Director de tesis: Dania Olmos Díaz y Fco. Javier González Benito



Título: Diseño, caracterización y comportamiento en servicio de materiales basados en Ácido Poliláctico (PLA) con potencial utilidad en el empaquetado de alimentos. Calificación: Sobresaliente Cum laude Organismo: Universidad Carlos III de Madrid
Nombre del doctor: Freddy Ariel Sánchez Ruiz Director de tesis: Fco. Javier González Benito Título: Nuevos Materiales Nanocompuestos con Propiedades Eléctricas Especiales y Desarrollo de Nuevos Métodos de Caracterización: Nanopiezodeformación. Calificación: Sobresaliente Cum laude Organismo: Universidad Carlos III de Madrid

F4. Otras publicaciones derivadas de colaboraciones mantenidas durante la ejecución del subproyecto y que pudieran ser relevantes para el mismo, así como artículos de divulgación libros, conferencias...
Autores, título, referencia de la publicación...

G. Gastos realizados hasta la mitad del periodo de ejecución del subproyecto

Debe cumplimentarse este apartado **independientemente** de la justificación económica anual enviada por la entidad. Se deben incluir los principales conceptos de gastos con su importe, no el desglose de las facturas del proyecto, para valorar su adecuación a los objetivos y actividades realizadas en el proyecto. Es **indispensable** especificar si el gasto estaba previsto en la solicitud original.

G1. Gastos de personal (indique número de personas, situación laboral y función desempeñada en el subproyecto)				Previsto en la sol. original (S/N)
	Nombre	Situación laboral	Función desempeñada	Importe
1				
2				
Total gastos de personal:				

Nota: Cree tantas filas como necesite

G2. Material inventariable (describa el material adquirido)				
	Equipo	Descripción del equipo	Importe (€)	Previsto en la sol. original (S/N)
1	Metalizador de Oro Zeiss (parte)	Equipo para realizar recubrimientos de oro y carbono por el método de "Sputtering" y evaporación respectivamente	1400	N
2	Agitador magnético	Agitador magnético con calefacción	193	N
Total gastos material inventariable			1593	

Nota: Cree tantas filas como necesite

G3. Material fungible (describa el tipo de material por concepto o partida, p. ej., reactivos, material de laboratorio, consumibles informáticos, etc.)			
	Concepto	Importe (€)	Previsto en la sol. original (S/N)
1	Productos químicos (reactivos)	642,7	S



	Nitrógeno (reactivos)	131,38	S
	Escobillón varilla de madera punta algodón x100, placa cultivo biolite 24 pocillos x50 (Material de laboratorio)	70,95	S
	Tinte para bacterias: live/dead baclight bacterial viability kit. 02/12/2015 (reactivos)	516,19	S
	Tubos de centrifuga graduados con tapón de rosca, 15ml (Material de laboratorio)	35,08	S
	Productos químicos (Reactivos)	68,8	S
	Nanopartículas (Reactivos)	372,39	S
	Suministro de productos químicos (Reactivos)	433,6	S
	Aerógrafo	51,5	N
	Capilares (Material de laboratorio)	37,95	S
	Silicona (Reactivos)	18,71	S
	Productos químicos	209,5	S
	Compra placas de cultivo, tubos y microtubos (Material de laboratorio)	855	S
	Recambio aerógrafo junta obturador (Material de laboratorio)	13,47	S
	Mini motor eléctrico (Material de laboratorio)	63,04	S
	Broca helicoidal (Material de laboratorio)	32,17	S
	Total gastos material fungible	3552,43	

Nota: Cree tantas filas como necesite



G4. Viajes y dietas (describa la actividad del gasto realizado y las personas que han realizado la actividad). Debe incluir aquí los gastos derivados de la asistencia a congresos, conferencias, colaboraciones, reuniones de preparación de propuestas relacionados con este proyecto, etc.)

	Concepto	Relación con el subproyecto	Importe	Nombre del participante	Previsto en sol. original (S/N)
1	Alojamiento	Asistencia XIV Congreso Nal. de Materiales (Gijón)	197,91	FRANCISCO JAVIER GONZALEZ BENITO	S
2	Alojamiento	Asistencia workshop asociado al proyecto nacional en Pamplona	65,97	FRANCISCO JAVIER GONZALEZ BENITO	S
3	Alojamiento	Asistencia workshop asociado al proyecto nacional en Pamplona	65,97	JORGE TENO DIAZ	S
4	Alojamiento	Asistencia XIV Congreso Nal. de Materiales (Gijón)	183,77	DANIA OLMOS DIAZ	S
5	Manutención	Asistencia Congreso Internacional "Materials Chemistry" (Valencia)	93,5	JORGE TENO DIAZ	S
6	Manutención	Asistencia XIV Congreso Nal. de Materiales (Gijón)	130,9	FRANCISCO JAVIER GONZALEZ BENITO	S
7	Manutención	Asistencia workshop asociado al proyecto nacional en Pamplona	37,4	FRANCISCO JAVIER GONZALEZ BENITO	S
8	Manutención	Asistencia workshop asociado al proyecto nacional en Pamplona	37,4	JORGE TENO DIAZ	S
9	Manutención	Asistencia XIV Congreso Nal. de Materiales (Gijón)	130,9	DANIA OLMOS DIAZ	S
10	Transporte	Asistencia Congreso Internacional "Materials Chemistry" (Valencia)	103,16	JORGE TENO DIAZ	S
11	Transporte	Asistencia XIV Congreso Nal. de Materiales (Gijón)	225,3	FRANCISCO JAVIER GONZALEZ BENITO	S
12	Transporte	Asistencia workshop asociado al proyecto nacional en Pamplona	129,96	FRANCISCO JAVIER GONZALEZ BENITO	S
13	Transporte	Asistencia XIV Congreso Nal. de Materiales (Gijón)	13	DANIA OLMOS DIAZ	S
Total viajes y dietas			1415,14		

Nota: Cree tantas filas como necesite

G5. Otros gastos (describa la actividad del gasto por concepto, y si procede, las personas que han realizado la actividad)



	Concepto	Relación con el subproyecto	Importe	Nombre del participante	Previsto en la sol. original (S/N)
1	2602 Inscripción congresos	International Conference and Exhibition on Materials Chemistry"	407,75	JORGE TENO DÍAZ	S
2	2602 Inscripción congresos	XIV Congreso Nal. de Materiales, Gijón (7-10/06/16)	429,75	Fco. JAVIER GONZÁLEZ BENITO	S
3	2602 Inscripción congresos	XIV Congreso Nal. de Materiales, Gijón (7-10/06/16)	520	DANIA OLMOS DIAZ	S
Total otros gastos			1357,50		

Nota: Cree tantas filas como necesite

G6. Descripción de gastos no contemplados en la solicitud original (si ha realizado algún gasto no contemplado en la solicitud original, se **debe** justificar la necesidad de su ejecución en este apartado)

Gasto	Justificación
Metalizador de Oro Zeiss (parte)	El gasto corresponde a una cofinanciación de un equipo necesario para preparar las muestras a analizar en un nuevo equipo (un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo) adquirido por la universidad. Cuando se escribió el proyecto no se había resuelto la convocatoria de infraestructuras del Ministerio.
Placa calefactora con agitación magnética	Hasta el momento se utilizaban las placas disponibles para el uso de los estudiantes en los laboratorios de química de la UC3M. Sin embargo, debido a la gran demanda nos encontramos en muchas situaciones con la NO disponibilidad de dichas placas. Esto llevaba al retraso en la preparación de los materiales que en algunos casos hacía incluso perder preparaciones previas por el largo tiempo transcurrido entre una etapa del proceso y la siguiente.

Nota: Cree tantas filas como necesite

G7. Total ejecutado (costes directos únicamente)

Importe total concedido:	45.000,00 €
Importe total ejecutado durante el periodo:	7.918,07€

Figuras

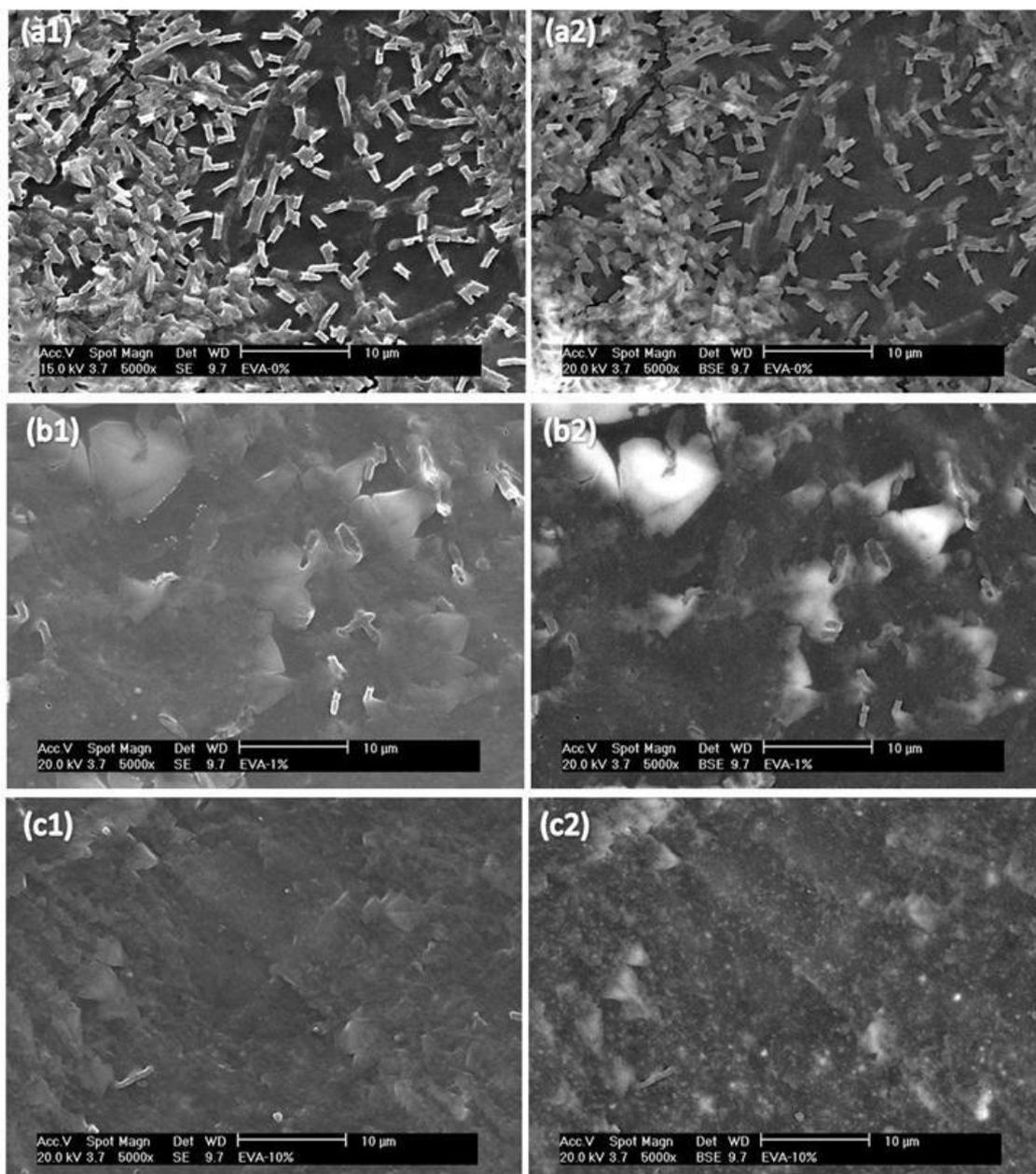


Figura 1.- Imágenes de SEM obtenidas mediante la utilización de electrones secundarios (1) y retrodispersados (2). A x5000 aumentos. Las muestras que se presentan son: a) EVA-0% TiO₂; b) EVA-1% TiO₂ y c) EVA-10% TiO₂.

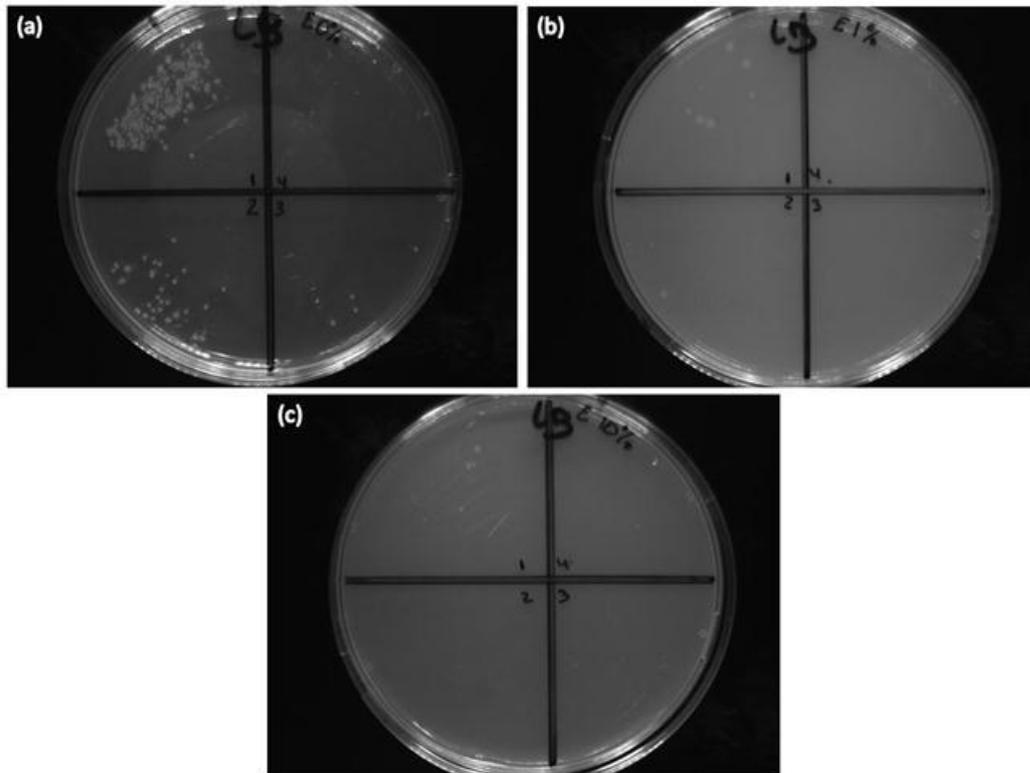


Figura 2.- Placas con los cultivos bacterianos de Escherichia coli. Las muestras que se presentan son: a) EVA-0% TiO₂; b) EVA-1% TiO₂ y c) EVA-10% TiO₂.

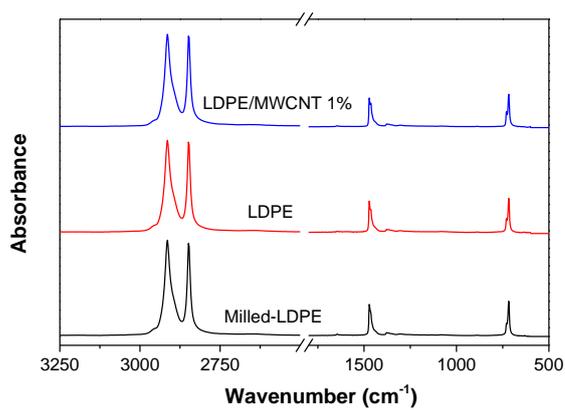


Figura 3.- Espectros ATR-FTIR de los films basados en LDPE.

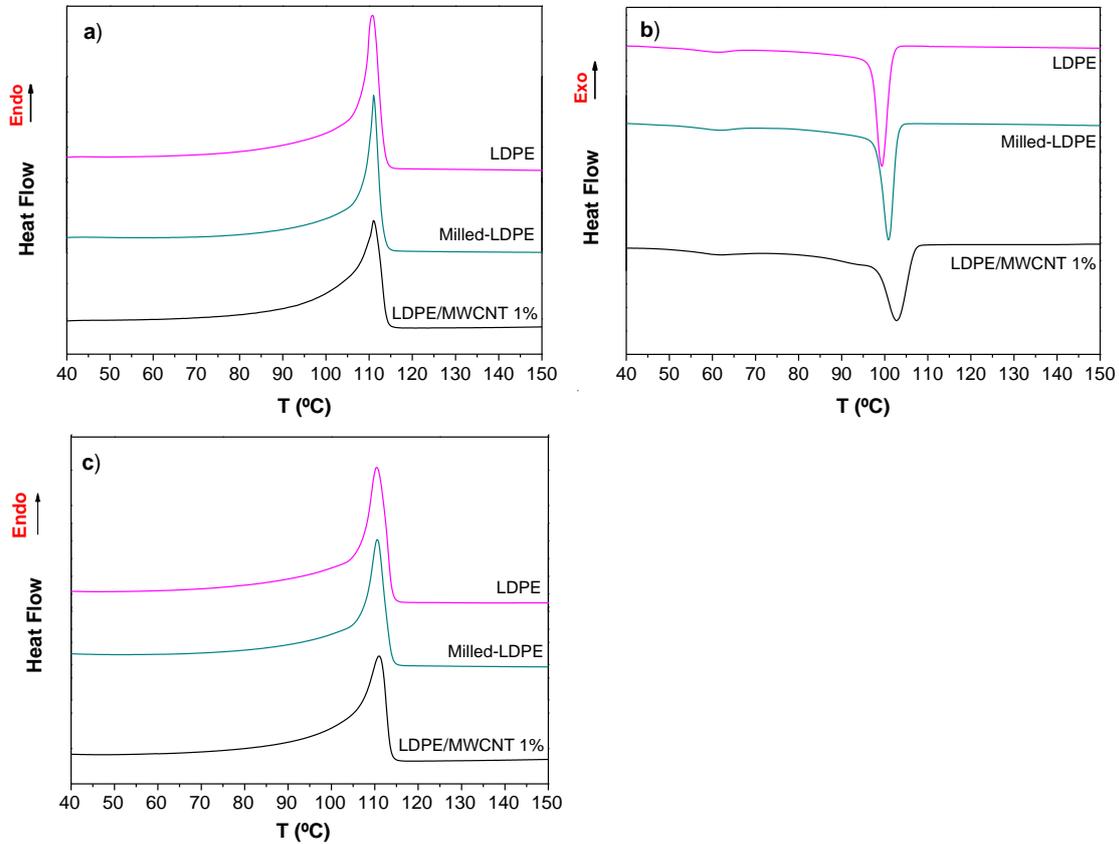


Figura 4.- Trazas de DSC correspondientes al primer calentamiento (a) y enfriamiento así como al Segundo calentamiento (c).

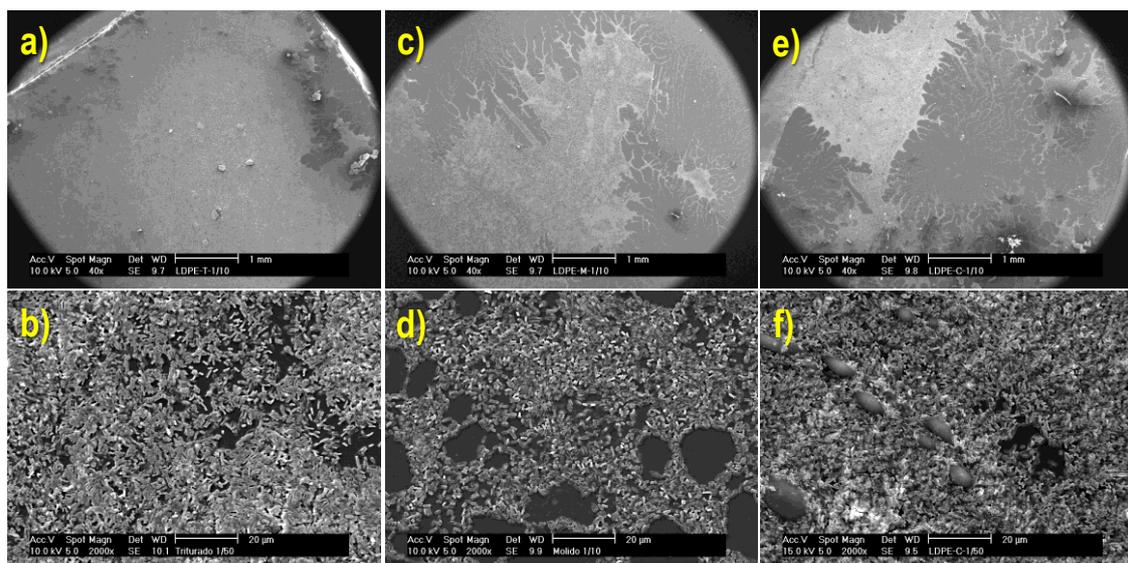


Figura 5.- imágenes de SEM (señal de SE) obtenidas para los biofilms formados sobre las superficies de los materiales bajo estudio. a) y b) LDPE; c) y d) Milled LDPE y e) y f) MWCNT-LDPE.

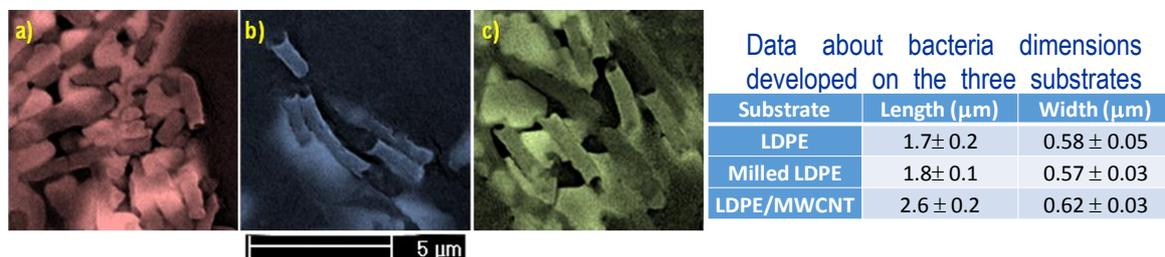


Figura 6.- Imágenes ampliadas de las micrografías de la Figura 5 y tamaños de células adsorbidas. a) LDPE; b) Milled LDPE and c) MWCNT-LDPE.

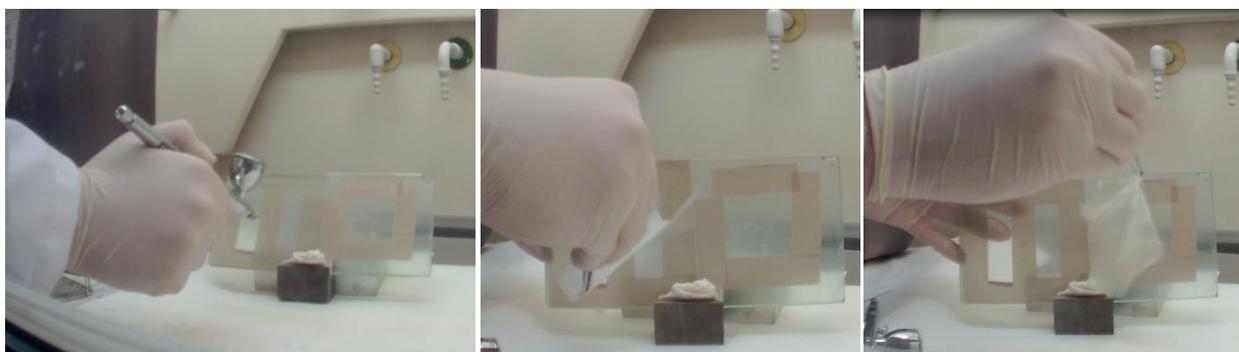


Figura 7.- Imágenes correspondientes al proceso de preparación de un film mediante “solution blow spinning” utilizando un aerógrafo comercial.

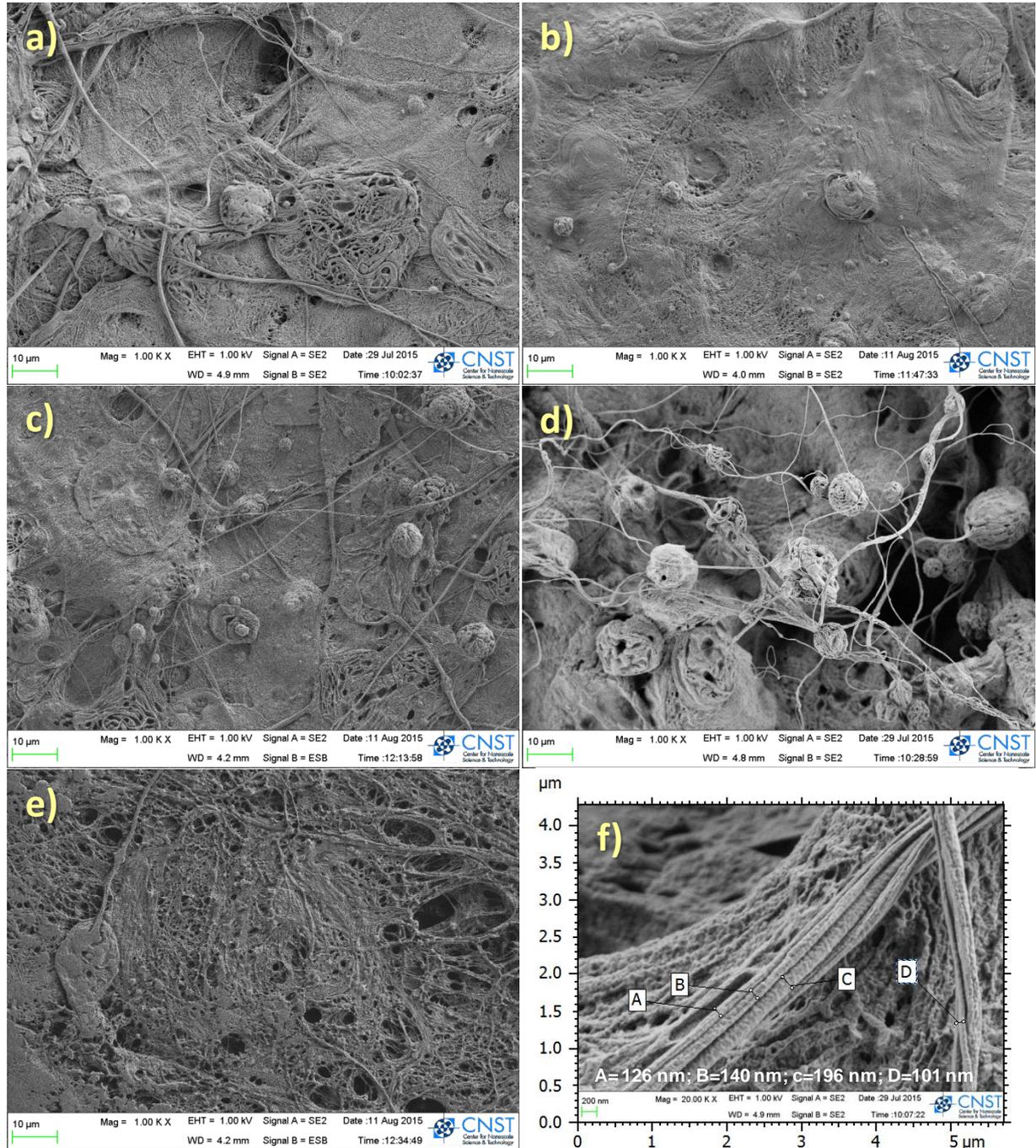


Figure 8.- Materiales nanocompuestos obtenidos por SBS de PVDF con diferentes cantidades de nanopartículas de TiO₂: a) 0%; b) 1%; c) 2%; d) 5% y e) 10% by weight. La imagen f) muestra un detalle de un haz de nanofibras generado durante el proceso de SBS.

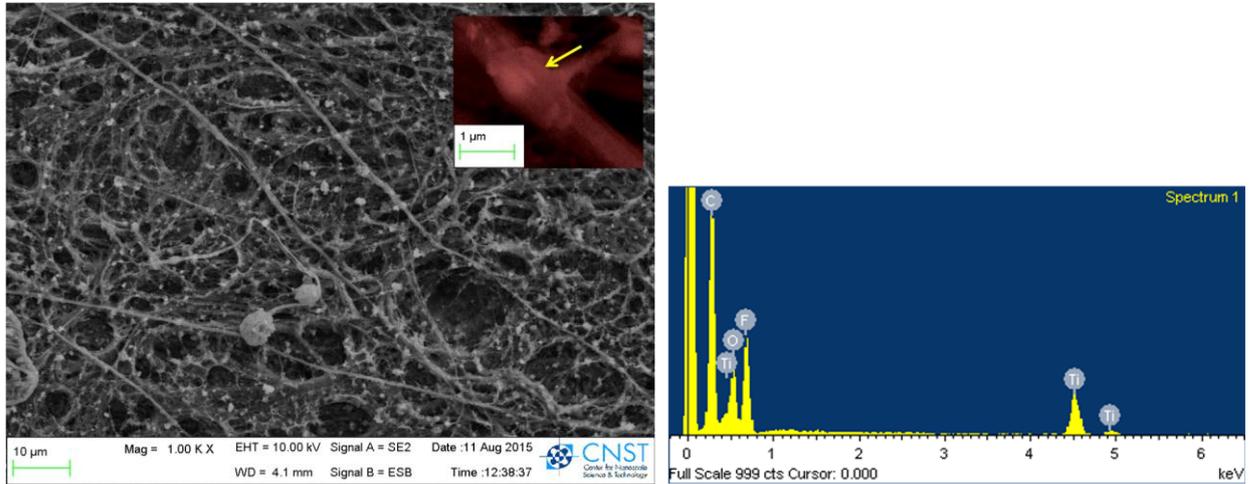


Figure 9- Imagen de FSEM obtenida mediante la combinación (50%) de señales de electrones secundarios, SE, y retrodispersados, BSE, de la superficie de una muestra de PVDF con un 10% de nanopartículas de TiO_2 (izquierda). Espectro de rayos X (derecha) obtenido en una de las regiones brillantes observadas (marcada con una flecha en la imagen de FSEM).

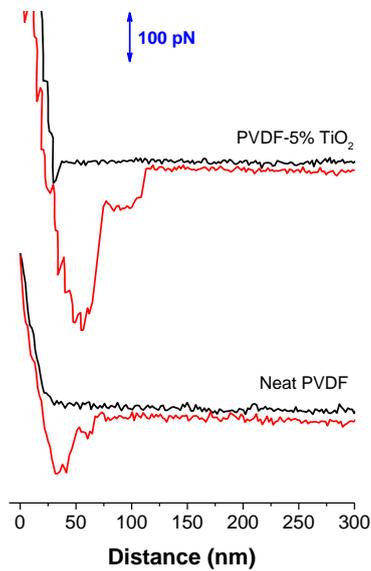


Figura 10.- Single cell force spectroscopy. Curvas de adhesión representativas para los materiales PVDF puro y PVDF relleno con un 5% de nanopartículas de TiO_2 .

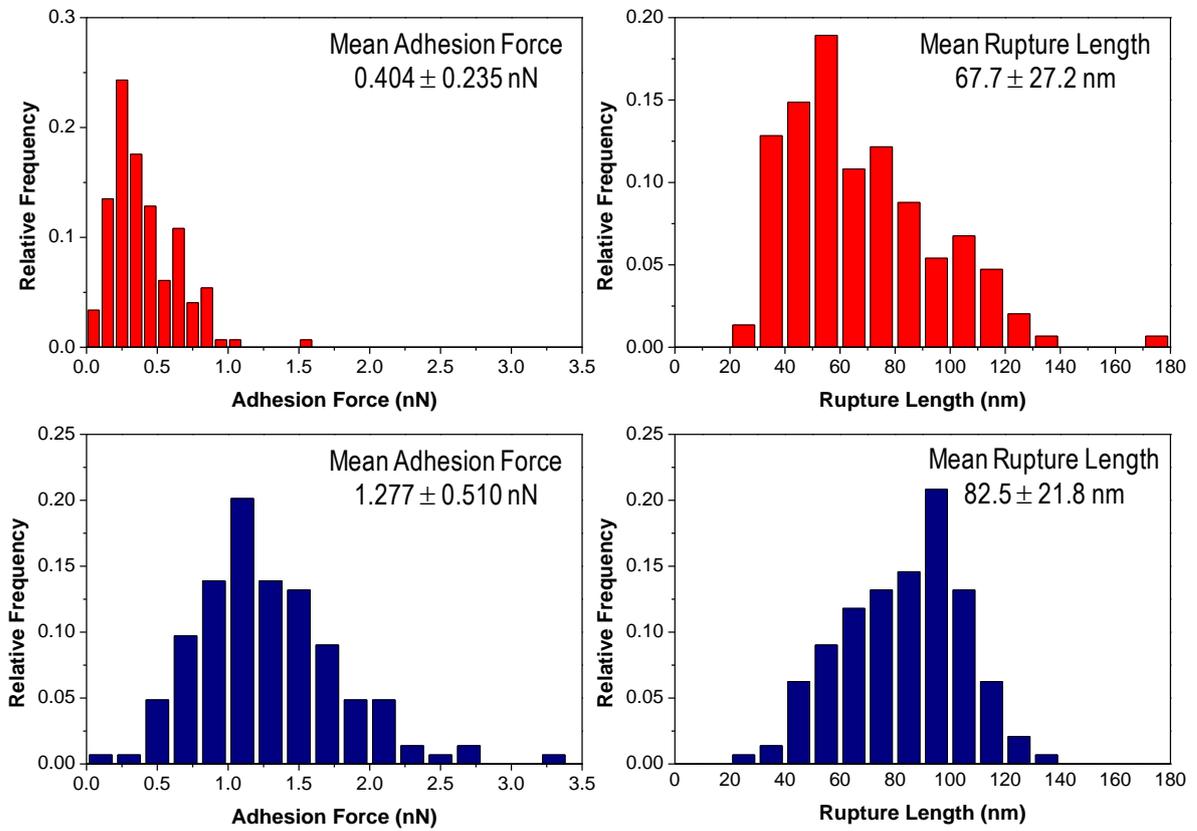


Figura 11.- Histogramas de las fuerzas de adhesión y las longitudes máximas de ruptura adhesiva. PVDF puro (arriba) PVDF relleno con un 5% de nanopartículas de TiO₂ (abajo).

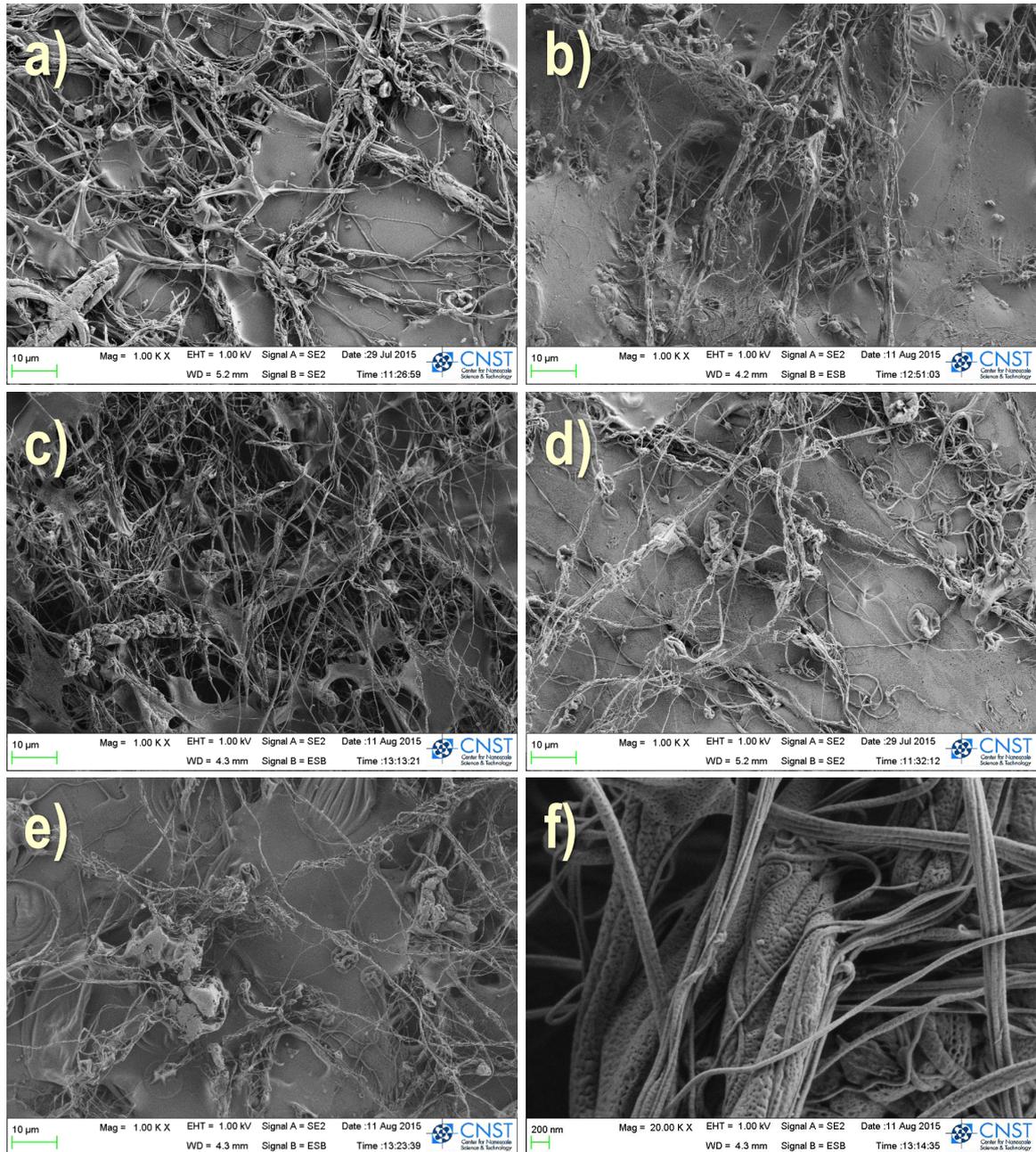


Figura 12.- imágenes de F-SEM de materiales nanocompuestos de PSF/TiO₂ con contenidos de nanopartículas de: a) 0%; b) 1%; c) 2%; d) 5% y e) 10% en peso. La imagen f) muestra un detalle de haces de fibras creados durante el proceso de SBS.

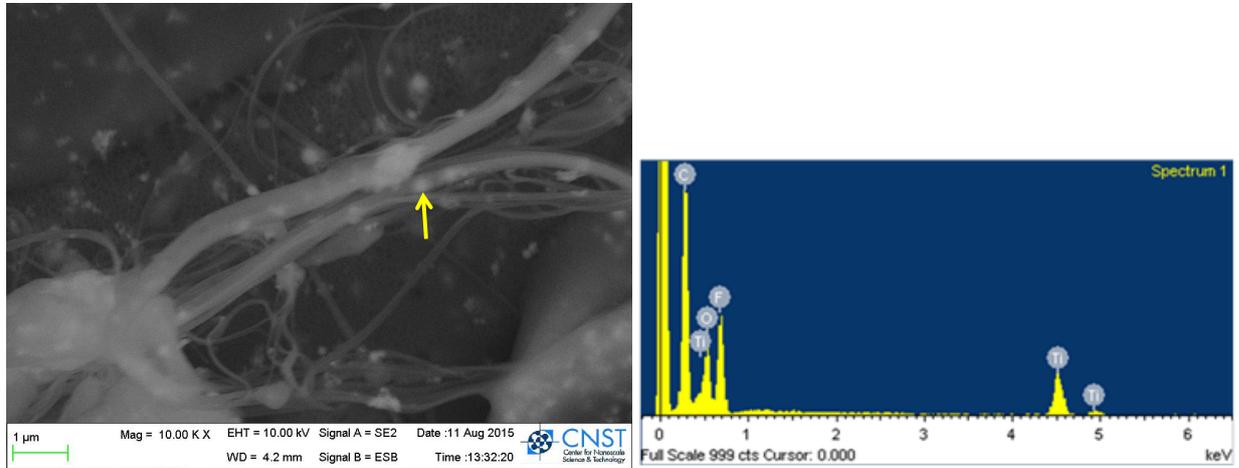


Figura 13.- Imagen de FSEM obtenida mediante la combinación (50%) de señales de electrones secundarios, SE, y retrodispersados, BSE, de la superficie de una muestra de PSF con un 10% de nanopartículas de TiO_2 (izquierda). Espectro de rayos X (derecha) obtenido en una de las regiones brillantes observadas (marcada con una flecha en la imagen de FSEM).

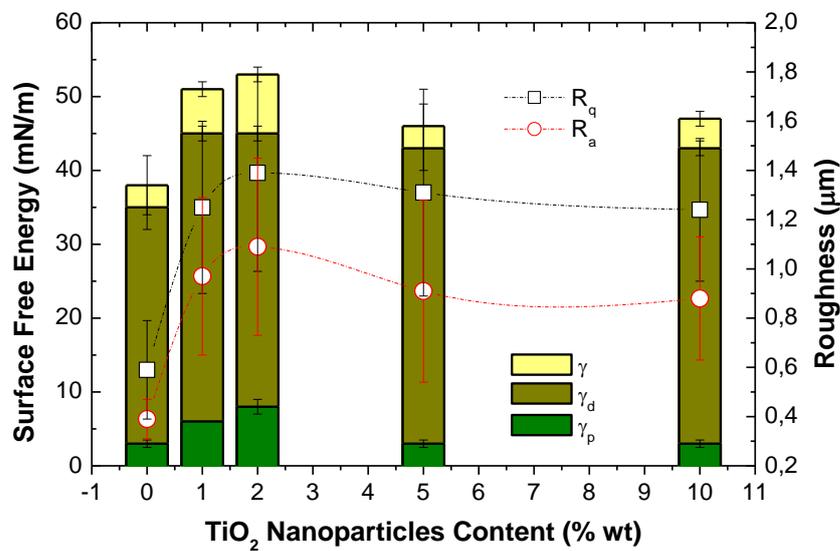


Figura 14.- Energía libre superficial y rugosidad de los materiales nanocompuestos PSF/ TiO_2 en función del contenido en nanopartículas de TiO_2 .



Instrucciones para la elaboración de los informes de seguimiento científico-técnico de proyectos Retos y Excelencia

Para el seguimiento científico-técnico de las convocatorias de Proyectos de I+D Excelencia, y Proyectos de I +D+i Retos, deberá presentarse:

- Cuando los proyectos tengan una duración plurianual, un **informe de seguimiento científico-técnico de progreso intermedio** cuando se cumpla la mitad del período de ejecución del proyecto.
- Tanto en los proyectos de duración anual como en los plurianuales, un **informe científico-técnico final**.

Los informes de justificación científico-técnica deberán contener la siguiente información:

- Desarrollo de las actividades realizadas hasta el momento, cumplimiento de objetivos propuestos en la actuación, así como el impacto de los resultados obtenidos evidenciados, entre otros, mediante la difusión de resultados en publicaciones, en revistas científicas, en libros, en presentaciones en congresos, en acciones de transferencia, en patentes, en internacionalización de las actividades, en colaboraciones con grupos nacionales e internacionales y, en su caso, en la formación de personal investigador.
- Cualquier cambio respecto a los gastos contemplados en el presupuesto incluido en la solicitud inicial del proyecto, justificando adecuadamente su necesidad para la consecución de los objetivos científico-técnicos del proyecto subvencionado.
- Cualquier modificación en la composición y/o dedicación del equipo de investigación. Estos cambios deben haber sido autorizados previamente por la Agencia Estatal de Investigación.
- Cualquier modificación en la composición del equipo de trabajo respecto al inicialmente previsto en la memoria científico-técnica del proyecto. Estos cambios no necesitan autorización previa por parte de la Agencia Estatal de Investigación.
- Cualquier modificación que se haya producido en los objetivos propuestos en la solicitud de la ayuda, detallando justificadamente los motivos que han llevado a ello.

En el caso de proyectos coordinados, se deberá presentar **un informe** por cada subproyecto.

Elaboración del Informe intermedio científico-técnico de proyectos coordinados

*Se deberá reflejar la integración de las actividades realizadas y los resultados alcanzados por cada uno de los subproyectos para valorar las contribuciones globales del **proyecto coordinado**.*

Apartado A. Debe reflejar los datos de coordinación indicando los subproyectos que participan en el proyecto coordinado

Apartado B. Se debe indicar los datos actuales del subproyecto. Si ha habido alguna modificación en los datos iniciales del subproyecto debe indicarlo en el Apartado **B2**. Los proyectos que estén dirigidos por



dos investigadores principales deberán rellenar también la casilla correspondiente al Investigador Principal 2

Apartado C. Debe relacionar la situación de **todo** el personal que haya realizado actividades en el subproyecto en el periodo que se justifica, tanto si forma parte del equipo de investigación como del equipo de trabajo.

Apartado D. Debe reflejar el progreso y resultados del proyecto coordinado.

En el **D1. se debe desarrollar los objetivos planteados en el proyecto coordinado indicando el grado de participación de cada uno de los subproyectos en su consecución.**

En el apartado D2. se debe describir las actividades realizadas relacionadas con la coordinación del proyecto.

*Estos apartados deben ser rellenados por el coordinador, indicando para cada actividad los subproyectos implicados y tiene que **incluirse** también en los informes de los subproyectos que forman parte del proyecto coordinado.*

Apartado E. Se reflejará el progreso de las actividades del subproyecto dentro del proyecto coordinado y el cumplimiento de los objetivos propuestos, desarrollándolos en los siguientes apartados:

E1 y E2. Debe describir los objetivos y **actividades realizadas** y resultados alcanzados por el subproyecto para la consecución de los objetivos, indicando los miembros del equipo que han participado en cada una de las actividades, remarcando las realizadas por el/los investigadores principales.

Se debe informar sobre el progreso y la consecución de todos los objetivos inicialmente planteados con el detalle suficiente para poder valorar el grado de cumplimiento, así como las actividades realizadas y los resultados alcanzados.

E3. Debe reflejar las dificultades o problemas que hayan podido surgir en el desarrollo del subproyecto, así como su repercusión para el proyecto en su conjunto. Si se hubieran propuesto soluciones para superar dichas dificultades, también es necesario reflejarlas en este apartado.

Se entiende que estas situaciones son inherentes a la propia actividad científica, pero se debe informar y ayudar a valorar su alcance.

E4. y E5. Deben relacionar, en el apartado correspondiente, las colaboraciones, que tengan **relación directa** con el subproyecto, con otros grupos de investigación, con empresas o sectores socioeconómicos.

Las actividades de colaboración deben detallarse y justificarse adecuadamente, especialmente cuando hayan implicado gasto o cuando no estuvieran contempladas en la solicitud original.

E6. Debe detallar las actividades de formación y movilidad del personal que participa en el subproyecto.

E7. Debe describir las actividades de internacionalización y otras colaboraciones del subproyecto.

Apartado F. Se reflejará la difusión de los resultados del subproyecto.



F1. Deben relacionar **únicamente** las publicaciones del subproyecto derivadas del proyecto coordinado o del subproyecto, remarcando las realizadas por el/los investigadores principales.

F2. Debe relacionar la asistencia a congresos, conferencias o workshops del subproyecto relacionados con el proyecto coordinado con indicación del título de la ponencia, nombre del congreso/conferencia y de las personas del equipo que hayan asistido.

F3. Debe indicar las tesis doctorales relacionadas directamente con el subproyecto.

F4. Deben indicar otras publicaciones relacionadas con la temática del proyecto o fruto de colaboraciones **durante la ejecución del subproyecto y que pudieran ser relevantes para el desarrollo del mismo.**

Apartado G. Se detallarán los gastos realizados en el proyecto hasta la mitad del periodo de ejecución del proyecto.

Se pretende poder relacionar el gasto realizado en el subproyecto con el presupuesto solicitado inicialmente y valorar su adecuación a los objetivos y actividades realizados en el proyecto coordinado. En el caso de que el gasto no estuviera previsto inicialmente, deberán justificarse detalladamente las razones de dicho gasto.

En cada uno de sus apartados: **G1.** Personal, **G2.** Material inventariable, **G3.** Material fungible, **G4.** Viajes y dietas; y **G5.** Otros, se deben mencionar los principales gastos realizados agrupados por tipo de gasto. Se trata de conocer los principales conceptos de gasto, **no** el desglose de todas las facturas del proyecto.

En el apartado **G6.** Gastos no contemplados en la solicitud original, es **importante** detallar las necesidad de su adquisición para el desarrollo del subproyecto.

En el apartado **G7.** Indique el importe total ejecutado durante este periodo.