



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TLALNEPANTLA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

**“SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE RECUBRIMIENTOS NANOESTRUCTURADOS
HIDROFÓBICOS”**

TESIS

PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

PRESENTA:

ING. CELIA MASSIEL HERNÁNDEZ HERNÁNDEZ

DIRECTOR DE TESIS: DRA. LIZBETH MELO MÁXIMO

CO-DIRECTOR DE TESIS: DRA. DULCE VIRIDIANA MELO MÁXIMO

TLALNEPANTLA DE BAZ, ESTADO DE MÉXICO, MARZO DEL 2023.



Tlalnepantla de Baz, Edo. de Méx., a **16/marzo/2023**

OFICIO No. 239/03/2023

Asunto: Aceptación de tesis

M.C MIGUEL ÁNGEL PAREDES RUEDAS
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
PRESENTE

Por este conducto, los integrantes del Comité Tutorial del C. CELIA MASSIEL HERNANDEZ HERNÁNDEZ, con número de control M21254103, de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería, le informamos que hemos revisado el trabajo de tesis titulado "SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE RECUBRIMIENTOS NANOESTRUCTURADOS HIDROFÓBICOS" y observamos que se han realizado todas las correcciones que le fueron indicadas, por lo que acordamos aceptar el documento de tesis y le solicitamos la autorización de impresión definitiva.

ATENTAMENTE

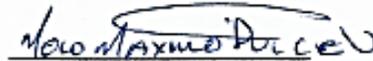
Excellencia en Educación Tecnológica
"Por la Realización Tecnológica de mi Pueblo"

DIRECTOR DE TESIS



Lizbeth Melo Máximo
Doctora en Ciencias en Metalurgia y Materiales
ced. profesional 11571450

CODIRECTOR DE TESIS



Dulce Viridiana Melo Máximo
Doctora en Ciencias en Metalurgia y Materiales,
ced. profesional 7499714.

REVISOR 2



Oscar Armando Gómez Vargas
Doctor en Diseño mecánico
ced. profesional 08705830.

REVISOR 3



Nelva Nely Alvarado Ortega
Doctora en Ciencias de la Computación
ced. Profesional 11608612.

C.p. **Dr. Oscar Armando Gómez Vargas.** - presidente del Consejo de Posgrado
Estudiante
Expediente



Unidad Centro: Av. Instituto Tecnológico S/N, Col. La Comunidad. C.P. 54070 Tlalnepantla de Baz, Estado de México. Tel. 55 5565 3261/ 55 5390 0209.
Unidad Oriente: Av. Hermilo Mena S/N, Col. Lázaro Cárdenas La Presa. C.P. 54087 Tlalnepantla de Baz, Estado de México. Tel. 55 2065 4997.
tecnm.mx | tlalnepantla.tecnm.mx



Tlalnepantla de Baz, Estado de México, **17/MARZO/2023**

OFICIO DEPI 249/03/2023

ASUNTO: Autorización de impresión de tesis

C. HERNÁNDEZ HERNÁNDEZ CELIA MASSIEL •
CANDIDATO AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA
PRESENTE

Por este conducto, tengo el agrado de comunicarle que el Comité Tutorial asignado a su trabajo de tesis titulado "síntesis y caracterización de recubrimientos nanoestructurados hidrofóbicos" ha informado a esta Jefatura que están de acuerdo con el trabajo presentado. Por lo anterior, se le autoriza que proceda con la impresión definitiva de su trabajo de tesis.

Esperando que el logro del mismo sea acorde con sus aspiraciones profesionales, reciba un cordial saludo.

ATENTAMENTE

*Excelencia en Educación Tecnológica
"Por la Realización Tecnológica de mi Pueblo"*



M.C. MIGUEL A. PAREDES RUEDA
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACION

C.p. Dr. Oscar A. Gómez Vargas - Presidente del Consejo de Posgrado
Estudiante
Expediente



Unidad Central: Av. Instituto Tecnológico S/N, Col. La Comunidad, C.P. 54070 Tlalnepantla de Baz, Estado de México, Tel. 55 5565 3261/ 55 5390 0209.
Unidad Oriente: Av. Hermito Mesa S/N, Col. Lázaro Cárdenas La Presa, C.P. 54187 Tlalnepantla de Baz, Estado de México, Tel. 55 2065 4997.
tecnm.mx | tlalnepantla.tecnm.mx



AGRADECIMIENTOS

“Si he visto más lejos es porque estoy sobre los hombros de gigantes”

Isaac Newton

Al Tecnológico Nacional de México-Campus Tlalnepantla por la oportunidad de cursar el programa de Maestría en Ciencias de la Ingeniería.

De igual manera se agradece al Laboratorio de Ingeniería de Superficies del Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México por proporcionar las facilidades para realizar la experimentación del presente trabajo.

Así mismo agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (Conacyt) por la beca nacional otorgada número de apoyo 788152 durante el periodo de la realización del presente proyecto.

Mis agradecimientos hacia la a la Dra. Lizbeth Melo Máximo (directora de la presente tesis) quien con su dirección, colaboración, conocimiento y enseñanza permitió llevar a cabo este trabajo, a la Dra. Dulce Viridiana Melo Máximo (quien fungió como codirectora de la presente tesis) por su apoyo, dedicación, tiempo y conocimiento; además agradecer al Ing. Mario Andrei Loperena Dorta por su apoyo en la capacitación para utilizar los equipos de caracterización y permitirme la estancia dentro de las instalaciones.

Al Dr. Tomás de la Mora del Tecnológico de Estudios Superiores de Jocotitlán por su aportación a este trabajo con la caracterización por la técnica de difracción de rayos X además de sus consejos y orientación.

ÍNDICE

Lista de figuras.....	7
Lista de ilustraciones (Apéndice).....	11
Lista de tablas.....	12
Resumen	13
Abstract.....	14
Justificación del problema	15
Capítulo 1. Introducción	16
Capítulo 2. Antecedentes	18
Ingeniería de superficies	19
La nanotecnología	20
Efecto del agua en los materiales	21
Capítulo 3. Marco teórico	24
Nanomateriales y Nanoestructuras	25
Nanoestructuras 1D (nanowires).....	26
Métodos de síntesis para nanoestructuras.....	27
Método hidrotermal para la síntesis de nanocables	28
Características del óxido de zinc (ZnO).....	29
Hidrofobicidad del óxido de zinc (ZnO).....	32
Caracterizaciones de nanowires hidrofóbicos	35
Capítulo 4. Estado del arte	36
Capítulo 5. Síntesis y caracterización de recubrimientos nanoestructurados hidrofóbicos	39
Planteamiento del problema.....	40

Objetivo general	41
Objetivos específicos	41
Capítulo 6. Experimentación	42
Capítulo 7. Resultados y discusión.....	55
Capítulo 8. Conclusiones	76
Capítulo 9. Referencias	78
Capítulo 10. Apéndices	83
Productos generados.....	88

LISTA DE FIGURAS

No. de figura	Descripción	Página
1	Relación científico-técnica de la ingeniería de superficies.	21
2	Posibles ángulos de contacto sobre las superficies.	24
3	Método de síntesis de arriba hacia abajo.	29
4	Método de síntesis de abajo hacia arriba.	30
5	Esquematación general del método hidrotermal.	31
6	Estructura hexagonal del óxido de zinc (wurtzita).	33
7	Esquema del mecanismo de crecimiento de nanocables según la semilla.	34
8	Esquema de dos posibles rutas de la síntesis de nanocables.	35
9	Posibles formas obtenidas a diferentes pH.	36
10	Modelado general de los estados Wenzel y Cassie-Baxter.	36
11	Porta muestras de vidrio utilizados para los sustratos.	45
12	Soluciones de semilla.	46
13	Soluciones de las semillas seleccionadas.	47
14	Equipo de spin-coating.	47
15	Proceso de dip-coating.	50
16	Colocación de las muestras para el cultivo de nanocables.	54

17	Equipo de medición de partícula Zetasizer Pro.	54
18	Equipo de medición de ángulo de contacto.	55
19	Interfaz del software libre ImageJ.	55
20	Microscopio electrónico de barrido Jeol JSM-6360LV del ITESM-CEM.	56
21	Interfaz del software INCA para EDS.	56
22	Ángulo de contacto de vidrio sin recubrimiento.	58
23	Ángulos de contacto de semillas de la solución 1. Muestras: a) G100N, b) G50N, c) G10N, d) G100M, e) G10M.	58
24	Ángulos de contacto de semillas de la solución 2. Muestras: a) 30100N, b) 3050N, c) 3010N, d) 30100M, e) 3010M	59
25	Ángulos de contacto de semillas de la solución 3. Muestras: a) H100N, b) H50N, c) H10N, d) H100M, e) H10M	59
26	Promedios de los ángulos obtenidos de las semillas.	59
27	Ángulos de contacto de semillas. Muestras: a) GN1, b) GM1, c) 30N1, d) 30M1, e) HN1, f) HM1	60
28	Tamaño de partícula y potencial ζ de la solución 1 para semillas.	61
29	Tamaño de partícula y potencial ζ de la solución 2 para semillas.	61
30	Tamaño de partícula y potencial ζ de la solución 2 para semillas.	62
31	Ángulos de contacto de la semilla de la solución 1 por spin-coating por 30 segundos; a) 2,000 rpm, b)4,000 rpm, c) 6,000 rpm, d) 8,000 rpm, e) 10,000 rpm.	63

32	Ángulos de contacto de la semilla de la solución 3 por spin-coating por 30 segundos; a) 2,000 rpm, b)4,000 rpm, c) 6,000 rpm, d) 8,000 rpm, e) 10,000 rpm.	63
33	Ángulos de contacto de la semilla de la solución 1 por dip-coating; a)1 inmersión, b)5 inmersiones, c)10 inmersiones.	63
34	Ángulos de contacto de la semilla de la solución 3 por dip-coating; a)1 inmersión, b)5 inmersiones, c) 10 inmersiones.	63
35	Calendarización de la medición de los ángulos de contacto para el primer cultivo.	64
36	Cambio por el paso del tiempo desde la síntesis de los nanocables hasta 105 días después (spin-coating-solución 1).	65
37	Cambio por el paso del tiempo desde la síntesis de los nanocables hasta 105 días después (spin-coating-solución 3).	65
38	Cambio por el paso del tiempo desde la síntesis de los nanocables hasta 105 días después (solución 1).	66
39	Cambio por el paso del tiempo desde la síntesis de los nanocables hasta 105 días después (solución 3).	66
40	Gráfica comparativa del cambio de los ángulos de contacto con el paso del tiempo.	67
41	Ángulos de contacto de semillas (solución cristalina) por spin-coating con 3,000 rpm variando tiempo de deposición (a-f); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc el mismo día de su síntesis (g-l); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc 40 días después de su síntesis (m-r).	68

42	Ángulos de contacto de semillas (solución blanca) por spin-coating con 3,000 rpm variando tiempo de deposición (a-f); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc el mismo día de su síntesis (g-l); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc 40 días después de su síntesis (m-r).	69
43	Ángulos de contacto de semillas (solución cristalina) por dip-coating con diferentes inmersiones (a)5, b)10, c)15, d)20, e)25, f)25); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc el mismo día de su síntesis (g-l); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc 40 días después de su síntesis (m-r).	70
44	Ángulos de contacto de semillas (solución cristalina) por dip-coating con diferentes inmersiones (a)5, b)10, c)15, d)20, e)25, f)25); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc el mismo día de su síntesis (g-l); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc 40 días después de su síntesis (m-r).	71
45	Gráfica de los cambios de los ángulos de contacto de por spin-coating y dip-coating con la solución cristalina y blanca.	71
46	EDS de la semilla sobre el sustrato de vidrio.	72
47	EDS de los nanocables de óxido de zinc.	73
48	Imágenes de los nanocables de óxido de zinc sobre la superficie de un vidrio.	73
49	Fotografía de la forma hexagonal de los nanocables de óxido de zinc; mediciones realizadas con el mismo equipo.	74
50	Nanocables de óxido de zinc.	74

51	Histograma de la distribución de los espesores de los nanocables de óxido de zinc.	75
52	Mediciones de las longitudes de los nanocables de óxido de zinc.	76
53	Histograma de la distribución de las longitudes de los nanocables de óxido de zinc.	76
54	Agrupaciones de nanocables de óxido de zinc.	77
55	Análisis de difracción de rayos X del sustrato recubierto.	77

LISTA DE ILUSTRACIONES (APÉNDICE)

No. de figura	Descripción	Página
1	Ángulos de contacto de las semillas elaboradas con la solución 1 por spin-coating modificadas con temperatura, 300°C por 90 minutos; luz ultravioleta, 60 y 150 minutos.	84
2	Ángulos de contacto de las semillas elaboradas con la solución 2 por spin-coating modificadas con temperatura, 300°C por 90 minutos; luz ultravioleta, 60 y 150 minutos.	85
3	Ángulos de contacto de las semillas elaboradas con la solución 3 por spin-coating modificadas con temperatura, 300°C por 90 minutos; luz ultravioleta, 60 y 150 minutos.	85
4	Ángulos de contacto de las semillas elaboradas por dip-coating modificadas con temperatura, 300°C por 90 minutos; luz ultravioleta, 60 y 150 minutos.	86
5	Medición del ancho de los nanocables de óxido de zinc.	87

6	Equipo de spin-coating de bajo costo elaborado en el laboratorio de ingeniería de superficies del Instituto Tecnológico de Monterrey campus Estado de México.	132
---	---	-----

LISTA DE TABLAS

No. de tabla	Descripción	Página
1	Características de las semillas depositadas por spin-coating.	46
2	Características de las semillas depositadas por dip-coating.	48
3	Semillas seleccionadas depositadas por spin-coating.	49
4	Semillas seleccionadas depositadas por dip-coating.	50
5	Características del depósito por spin-coating con nuevas semillas.	50
6	Promedios de la medición de nanocables de óxido de zinc.	73
7	Piezas del equipo de spin-coating.	132

RESUMEN

Evitar el deterioro de los materiales es una de las problemáticas actuales que ha tomado gran importancia; una de las técnicas actualmente más empleadas es el uso de recubrimientos hidrofóbicos ya que prolongan la vida útil de los materiales y productos por las propiedades que poseen. El presente trabajo describe inicialmente la síntesis química de nanoestructuras de óxido de zinc que fueron depositadas sobre sustratos de vidrio por los métodos de spin-coating y dip-coating para ser usadas como semillas del crecimiento de nanocables de óxido de zinc. Posteriormente por el método hidrotermal se sintetizaron nanocables hexagonales tipo wurtzita de óxido de zinc empleando una solución de nitrato de zinc y hexametilentetramina. Algunas muestras se les aplicó un tratamiento por distintos periodos de tiempo. Los sustratos se caracterizaron microestructuralmente por microscopía electrónica de barrido, análisis de dispersión de energía; finalmente se evaluó el ángulo de contacto. Se encontraron estructuras hexagonales que se encuentran en un promedio aproximado de 291 nm y con una longitud promedio de 2 μm . Además de obtener ángulos de contacto catalogados como hidrofóbicos.

ABSTRACT

Avoiding the deterioration of materials is one of the current problems that has taken on great importance. One of the most widely used techniques currently is hydrophobic coatings since they prolong the useful life of materials and products due to their properties. The present work describes the chemical synthesis of zinc oxide nanostructures deposited on glass substrates to be used as seeds for the growth of zinc oxide nanowires by the hydrothermal method using a solution of zinc nitrate and hexamethylenetetramine that was taken to the oven for just over 4 hours. The first samples were aged in the dark for 105 days after a continuous measurement period; later, samples were made to age again for 40 days. The substrates were characterized by scanning electron microscopy, energy dispersion analysis, and contact angle. Hexagonal structures were found to lie at an average approximate length of 291 nm and with an average length of 2 μm . In addition to obtaining contact angles classified as hydrophobic, the highest being 122.578°.

JUSTIFICACIÓN DEL PROBLEMA

En la década de los setenta se descubrieron las superficies hidrofóbicas tomando como referencia las propiedades que tienen las hojas de flor de loto, este fenómeno se debe a una cubierta natural repelente al agua (grasas o ceras); siguiendo este principio actualmente se puede producir este efecto en cubiertas artificiales sobre diversos materiales. Para que una superficie sea considerada hidrofóbica el ángulo formado entre la superficie y un fluido (ángulo de contacto) debe superar los 90° , esto evitará que se alojen bacterias y permitirá la repulsión de líquidos.

El uso de recubrimientos hidrofóbicos es uno de los procesos más empleados para evitar el deterioro de los materiales y prolongar su vida útil ya que poseen propiedades antiadherentes, baja fricción, antihumectantes, resistentes a altas y bajas temperaturas, resistencia química y dieléctrica, entre otras. Se han identificado investigaciones en las que la síntesis por método hidrotermal resulta eficaz para la elaboración de recubrimientos de óxido de zinc (ZnO) nanoestructurado en forma de nanowires sobre diferentes sustratos.

Este procedimiento requiere un precursor, reductor y estabilizador, tomando en cuenta las condiciones adecuadas de proceso (temperatura, concentración y presión) se puede controlar el tamaño y la forma de la nanoestructura que propiciará la hidrofobicidad en el sustrato. Se producirán recubrimientos con NWS de óxido de zinc (ZnO) con un tamaño nanométrico capaz de encapsular aire en su interior, esta propiedad será finalmente comprobada al medir el ángulo de contacto entre la superficie con NWS y un fluido (agua).

El trabajo descrito a continuación busca ser una alternativa para la producción de materiales auto-limpiantes con características eficientes y de calidad, además de utilizar equipos de bajo costo haciendo el proceso accesible y sencillo.

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

La contribución de conocimientos innovadores en diversas materias de investigación ha sido fundamental con el pasar de los años, las nuevas tecnologías invaden el mundo y lo transforman con recursos desconocidos que se encuentran en desarrollo y generan resultados extraordinarios que, aunque se encontraban presentes en la naturaleza no tenían la debida atención.

Últimamente el desarrollo de materiales limpios por medio de la modificación de su superficie ha incrementado, podemos encontrar fibras textiles modificadas volviéndolas anti-manchas o revestimientos auto limpiantes para acabados más pulcros o de fácil aseo. Lo anterior se logra manipulando los materiales en escala nanométrica permitiéndonos generar una estructura que mantiene aire encapsulado aumentando la tensión superficial y evitando la penetración del agua al material.

Existen diversos métodos y soluciones para obtener estos innovadores materiales y mejorar las propiedades; los nanorecubrimientos han abierto paso a el nuevo concepto de protección apostando por soluciones sostenibles, eficientes, económicas y que minimicen el uso de recursos naturales.

CAPÍTULO 2. ANTECEDENTES

INGENIERÍA DE SUPERFICIES

Aunque el concepto de ingeniería de superficies se entendía anteriormente como las diferentes técnicas para la formación de capas superficiales en la actualidad no es suficiente por los alcances que se han logrado. La ingeniería de superficies engloba un amplio campo de investigación uniendo el diseño, la fabricación, la investigación y el aprovechamiento de las capas superficiales además de las propiedades que aportan al mejoramiento de los materiales sobre los que se utilizan [1].

La figura 1 muestra la relación científico-técnico de las materias utilizadas en la ingeniería de superficies:

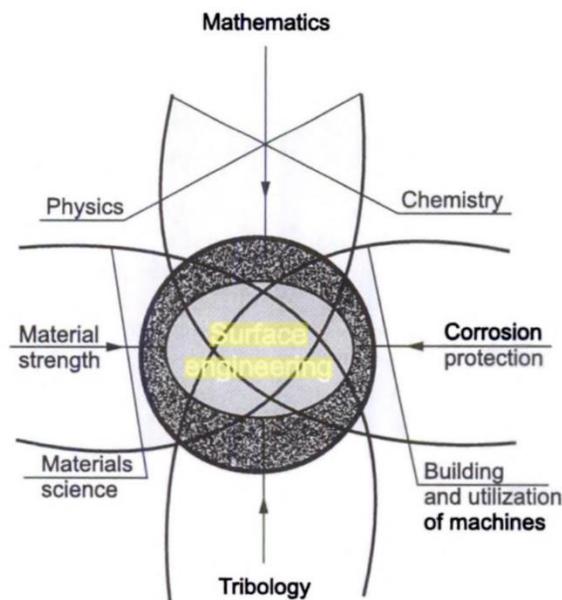


Figura 1. Relación científico-técnica de la ingeniería de superficies [1].

El objeto de enlazar ciencias fundamentales (química, física y matemáticas) y ciencias aplicadas (ciencia de materiales e ingeniería de materiales) es definir una disciplina que abarca desde los procesos de fabricación de capas superficiales y revestimientos, los fenómenos relacionados con las mismas, así como su rendimiento y efectos. Esta disciplina ha tenido un desarrollo dinámico cumpliendo con las expectativas de la ciencia moderna mejorando la energía y material además de respetar el medio ambiente [1].

La ingeniería de superficies brinda la posibilidad de producir herramientas, componentes, aparatos baratos dotados con mejoras ambientales, tribológicas, corrosivas, decorativas, etc.; se reducen las averías por lo tanto el tiempo de inactividad que se puede observar cómo menor pérdida de insumos, energía y dinero [1].

LA NANOTECNOLOGÍA

Desde 1959 un famoso físico estadounidense de nombre Richard Feynman exponía el poder existente en el control de las cosas a escalas muy pequeñas, es así como para 1974 Norio Taniguchi, de la Universidad de Ciencias de Tokio, utiliza por primera vez el término “nanotecnología”, una ciencia dedicada al diseño, estudio y fabricación de materiales por manipulación molecular; estos materiales generan un gran impacto por las propiedades que poseen [2].

La nanotecnología ha estado presente en la naturaleza desarrollando la manipulación de átomos para cubrir sus necesidades, comprender estos procesos ha servido como inspiración para obtener beneficios y soluciones a diversos problemas en la actualidad [2] [3].

Las nanoestructuras son consideradas como un importante paso para lograr la miniaturización, sus efectos y propiedades han sido el mejor camino a seguir para obtener rápidos avances. Los científicos ya son capaces de manipular y producir nuevos tipos de materiales que contienen la fisicoquímica que desean y características específicas. Tales materiales están recibiendo una gran atención en una amplia gama de investigaciones y de disciplinas [4].

Últimamente el desarrollo de materiales limpios por medio de la modificación de su superficie ha incrementado, podemos encontrar fibras textiles modificadas volviéndolas anti-manchas o revestimientos auto limpiantes para acabados más pulcros o de fácil aseo. Existen diversos métodos y soluciones para obtener estos innovadores materiales y mejorar las propiedades; los nanorecubrimientos han abierto paso a el nuevo concepto de protección apostando por soluciones sostenibles, eficientes, económicas y que minimicen el uso de recursos naturales [5].

EFEECTO DEL AGUA EN LOS MATERIALES

Conocido como el líquido vital para la vida, el agua cubre una extensa superficie terrestre y puede encontrarse en diferentes estados de agregación. Mantiene una naturaleza soluble por lo que es sencillo que transporte partículas nocivas hacia los materiales [5].

El efecto que el agua produzca en los materiales depende de la porosidad del mismo. El grado de degradación que presente el material suele aumentar cuando este se encuentra expuesto a lluvia y viento pues el depósito de partículas nocivas incrementa, así mismo los cambios de temperatura extremos modifican las propiedades e inician reacciones químicas que llevarán a la degradación del material [5].

El agua, según el sistema en el que se encuentre, puede presentarse como una molécula o disociarse convirtiéndose en uno de los adsorbentes más importantes; al aceptar un protón se vuelve una especie catiónica o donando el mismo volverse un anión. Al ser adsorbida se une a la superficie por diversos medios como los enlaces de hidrogeno, la electrostática o la transferencia de cargas ya que responde rápidamente a su entorno oxidando fácilmente algunas superficies y las regiones cercanas [6].

Los materiales pueden o no permitir el paso de ciertas sustancias (por ejemplo, el agua) según su porosidad, a esta característica se le conoce como impermeabilidad. Esta característica es limitada por el tamaño de las aberturas y la presión para romper la tensión superficial, sin embargo, cuando el agua puede extenderse sobre la superficie no es necesario una presión alta para que penetre en la ella. Las superficies que muestran aberturas grandes presentan problemas para evitar el esparcimiento y penetración del agua por lo que es necesario depositar sobre ellas alguna sustancia que tenga la capacidad de resistir la humectación [7].

Existen diversas sustancias que han sido utilizadas como agentes repelentes al agua, sin embargo, no siempre tienen el mismo comportamiento, generalmente se utilizan emulsiones elaboradas bajo un control de pH adecuado para aumentar el efecto que propiciará. Aún bajo estas condiciones de fabricación los activos hidrofugantes pueden ser perjudiciales para los fines deseados, la explicación a este problema radica en las

características del sólido que está siendo alterado para obtener propiedades hidrofóbicas pues al medir el ángulo de contacto de las superficies revelan que la rugosidad del material tiene un efecto en su repelencia al agua ya que en una superficie más rugosa hay mayor intensidad de energía que en una superficie lisa [7].

HIDROFOBICIDAD E HIDROFILICIDAD

Mantener el contacto entre una superficie sólida y un líquido requiere de interacciones intermoleculares que se reflejan como humectación, se establece al existir un equilibrio entre las fuerzas cohesivas (hacen que el líquido se cumule) y adhesivas (hacen que el líquido se extienda); su caracterización es el ángulo de contacto [8].

El ángulo de contacto es la herramienta utilizada para la clasificación de las superficies en hidrofóbicas (falta de afinidad al agua) o hidrofílicas (afinidad al agua) según los grados que presenten al mantenerse en contacto con un sólido [9].

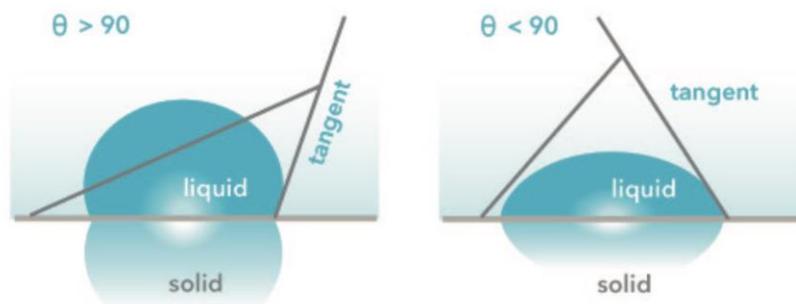


Figura 2. Posibles ángulos de contacto sobre las superficies

Como se puede observar en la figura 2 existen dos posibles escenarios, el primero cuando el ángulo de contacto es mayor a 90° y la superficie se considera hidrofóbica; el segundo cuando el ángulo de contacto es menor a 90° y la superficie se considera hidrofílica [9]. Estos parámetros han sido aceptados por la comunidad científica por los estudios realizados sobre el comportamiento de la humectabilidad en las superficies, la fuerza que impulsa el cambio entre la hidrofilicidad y la hidrofobicidad es la tensión superficial del agua. En las superficies con ángulos menores a 90° se presenta un fenómeno al retirar la gota de agua pues queda un pequeño residuo mientras que en las superficies con ángulos mayores a 90° la gota queda intacta al ser retirada [10].

La interacción de las superficies de los materiales con el agua es una problemática presente en distintas áreas por el daño irreversible que causa; por ello han surgido a nuevas e innovadoras tecnologías. Las modernas ventajas de la nanotecnología han ofertado a los investigadores soluciones efectivas mediante los recubrimientos hidrofóbicos para contrarrestar los efectos superficiales provocados por el agua.

CAPÍTULO 3. MARCO TEÓRICO

NANOMATERIALES Y NANOESTRUCTURAS

A tamaño nanométrico existen partículas con al menos una de sus dimensiones dentro de este rango capaces de exhibir interesantes efectos según su tamaño y con los que pueden crearse de una variedad de productos. Estos materiales pueden conseguir propiedades únicas con grandes impactos en numerosos campos ya que no existe un solo tipo y por su tamaño es prometedor al aprovechar este poder para mejorar la calidad de vida [11].

El protagonismo adquirido por las nanoestructuras y nanomateriales se debe a las propiedades resultantes de las nuevas propiedades con las que cuentan como puntos de fusión, conductividad térmica y eléctrica, dispersión de la luz, sensibilidad óptica, humectabilidad, actividad catalítica y fotocatalítica [11] [12].

La clasificación de estos materiales comenzó según sus componentes químicos y formas cristalinas, sin embargo, al reportarse diversos tipos se ha basado la clasificación por su dimensionalidad formando 4 categorías [12]:

- 0D: tres dimensiones en orden nanométrico.
- 1D: dos dimensiones en orden nanométrico.
- 2D: una dimensión en orden nanométrico.
- 3D: ninguna dimensión en orden nanométrico.

La obtención de nuevos nanomateriales y nanoestructuras dentro de la última década ha generado ampliar la clasificación. Comenzando por la diferenciación de las nanoestructuras y los nanomateriales; las primeras se caracterizan por tener una dimensionalidad y una forma, mientras que para los segundos se debe tener en cuenta la dimensionalidad, el tamaño, la forma y el atributo general que posea [11].

Para producir nanoestructuras existen diversos métodos físicos y químicos han sido utilizados para su síntesis. Técnicas físicas como: tecnologías en aerosol, litografía, ablación láser y campos ultrasónicos han sido utilizados exitosamente. Por otra parte, tenemos a los métodos químicos, los cuales involucran el uso de agentes reductores de origen sintético o biológico que actúan sobre iones metálicos para la producción de

nanoestructuras metálicas, estos agentes surfactantes son utilizados para el control de la morfología y tamaño [13].

NANOESTRUCTURAS 1D (NANOWIRES)

Un nanowire es un pequeño hilo con un diámetro menor o igual a 100 nanómetros (nm). El primer nanowire fue fabricado en 1987 por “*Bell Laboratories*” con lo que se produjo una estructura semiconductor. Los nanowires se pueden sintetizar utilizando diversos materiales como silicio, germanio, cromo, carbón, oro, cobre, entre otros, en diferentes sustratos como oro, donde dependiendo del tamaño de estos se puede controlar con precisión el tamaño del nanowire resultante. Mientras que el radio de los nanowires es muy pequeño los nanowires pueden extenderse cientos de micrómetros hasta llegar a ser visibles en algunos casos [14].

Los tipos de nanowires varían dependiendo de su composición al igual que sus aplicaciones y usos que se les pueden dar, existen nanowires con propiedades diferentes como por ejemplo nanowires semiconductores, nanowires fotónicos donde las propiedades físicas varían y otros con usos diferentes como nanowires biomédicos y nanowires electrónicos, donde de igual manera las propiedades cambian, pero se enfoca más en sus aplicaciones [15].

Uno de los métodos más rentable y sencillo para la síntesis de nanocables de óxido de zinc es la deposición química de vapor (CVD), en ella se cultivan las nanoestructuras mediante una mezcla de óxido de zinc y grafito. Vapor-líquido-sólido (VLS) y vapor-sólido (VS) son los mecanismos más utilizados en la síntesis de nanocables, sin embargo, el dominio es determinado por los cambios en las condiciones experimentales, con VLS podemos formar estructuras simples mientras que con VS logramos arquitecturas complejas [16].

El descuido de las condiciones experimentales puede causar cambios dramáticos en la formación de los nanocables pues el método CVD los hace más sensibles. El proceso de deposición en sustratos de vidrio se da mediante la deposición de la semilla del óxido por pirólisis formando una capa angular para posteriormente incitar el crecimiento por el método hidrotermal [17].

MÉTODOS DE SÍNTESIS PARA NANOESTRUCTURAS

En el desarrollo de nuevos materiales y dispositivos las síntesis controladas de nanoestructuras son crucial pues el objetivo es el progreso de rutas confiables para la elaboración de nanoestructuras funcionales y útiles. De manera arbitraria estos métodos se pueden dividir en dos grupos: de abajo hacia arriba y de arriba hacia abajo [18] [19].

DE ARRIBA HACIA ABAJO

El método de nanofabricación de arriba hacia abajo consiste en la desintegración de granos más grandes, partículas o polvos hasta llegar a la estructura deseada. Este proceso engloba métodos físicos como: ablación láser, nanolitografía, pulverización, deposito químico en fase vapor, evaporación térmica, entre otras [19].

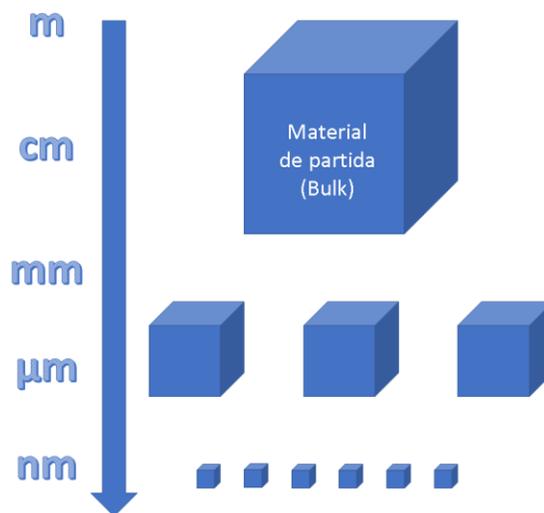


Figura 3. Método de síntesis de arriba hacia abajo

En la figura 3 se representa de manera esquemática la desintegración del material base hasta lograr las dimensiones nanométricas. En palabras coloquiales se puede ver a este método como “esculpir un bloque de piedra hasta la figura deseada”.

DE ABAJO HACIA ARRIBA

La nanofabricación por el método de abajo hacia arriba expone que la nanoestructura deseada se forma a partir de especies de átomos o moléculas que se van ampliando al formar nucleaciones, este método tiene un enfoque en los métodos

químicos. Dentro de este proceso podemos encontrar: deposición física de vapor asistida por plasma, hidrólisis, reducción química, ultrasonido, entre otras [19].

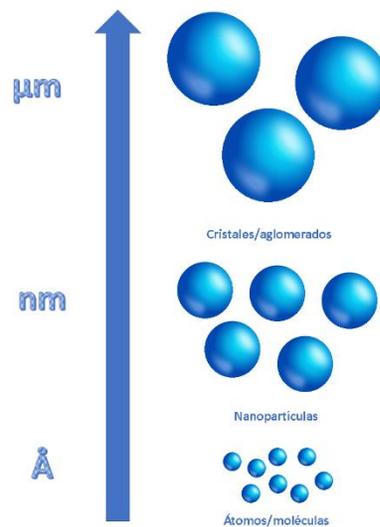


Figura 4. Método de síntesis de abajo hacia arriba.

La figura 4 muestra el esquema de la formación de nanoestructuras mediante el ensamble de átomos o moléculas, otra manera de entenderlo es como “construir una casa ladrillo a ladrillo” [19].

Uno de los métodos de síntesis que ofrece control en el crecimiento del tamaño de partícula y una reducción en las aglomeraciones además de ser sencillo y económico es el método de síntesis hidrotermal.

MÉTODO HIDROTERMAL PARA LA SÍNTESIS DE NANOCABLES

El método hidrotermal ha tomado gran auge gracias a que es asequible, escalable, verde y se vuelve aplicable a diversos sustratos, además de poder controlar la homogeneidad y alta calidad de las nanoestructuras [20].

Como lo esquematiza la figura 5 este método consiste en disolver un precursor metálico en un líquido, al ser “hidro”-termal es solvente es agua, que se elevará por encima de su punto de ebullición en un recipiente cerrado que mantendrá moderada la presión [21].

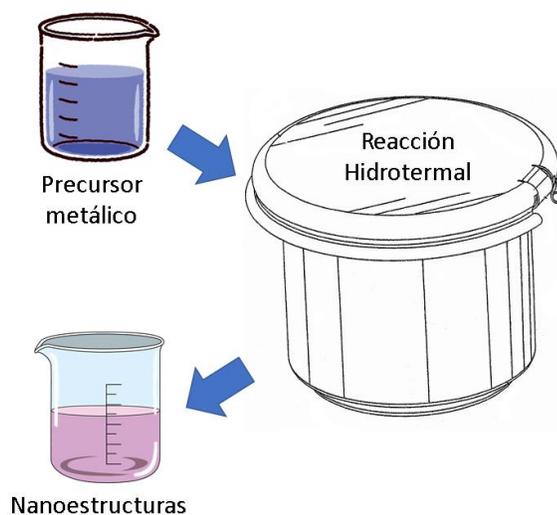


Figura 5. Esquematación general del método hidrotermal.

El método hidrotermal organiza controladamente el crecimiento y cristalización de las nanoestructuras mejorando su uniformidad, es por ello que se utiliza en la síntesis de nanoestructuras como los nanocables de óxido de zinc (nanowires NW ZnO). Uno de los factores que se deben procurar al sintetizar es la presión parcial de vapor pues determina la morfología y las condiciones del crecimiento de los nanocables de óxido de zinc (NW ZnO). Controlando estas condiciones se forman matrices con un potencial aplicativo diverso [22].

CARACTERÍSTICAS DEL ÓXIDO DE ZINC (ZNO)

Por las amplias propiedades químicas y físicas los óxidos metálicos son materiales interesantes en una extensa gama de aplicaciones como protección a la corrosión, catálisis, sensores, celdas solares, transistores, piezoeléctricos, etc.; en dimensión nanométrica existen diversas estructuras como los cinturones, cintas, tubos, varillas y cables que sobresalen por sus propiedades dadas gracias al confinamiento cuántico, cambio de densidad, baja dimensionalidad y sobre todo la alta relación volumen-superficie [23].

El óxido de zinc es un semiconductor tipo n estudiado desde 1935, cuenta con una banda prohibida directa de 3.4 eV y su estructura más estable es la wurtzita. Para comprender el crecimiento de los nanocables se proponen 4 etapas:

1. Adsorción de oxígeno: las moléculas de oxígeno se adsorben en la superficie del metal.
2. Oxidación de la superficie formando núcleos: se forman aglomeraciones entre el ion metálico y el ion oxígeno por la minimización de la energía superficial.
3. Disposición de los núcleos: se formarán nucleaciones cuando se supere la barrera de energía máxima y en función de la probabilidad de la minimización de la energía. Este es uno de los pasos fundamentales en el crecimiento de los nanocables, la probabilidad de nucleación puede ser calculada por la siguiente ecuación:

$$P_N = \frac{N}{N_0} = \exp(-\Delta G_N^*/k_B T)$$

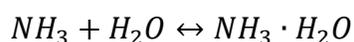
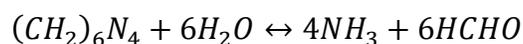
Esta ecuación relaciona la concentración superficial de núcleos (N), la posible concentración de núcleos sobre la superficie metálica (N_0), la constante de Boltzmann (k_B) y la temperatura (T), dando como resultado una magnitud dependiente de tres parámetros: energía superficial, temperatura y energía máxima (ΔG_N^*).

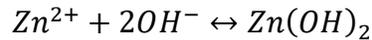
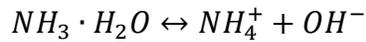
4. Formación de los nanocables: el crecimiento de los nanocables se genera a partir de la diferencia de presión superficial existente entre la nucleación del óxido de metal y el sustrato dado por la ecuación de Laplace:

$$P_i = P_g + \frac{2\gamma_i}{r_i}$$

La ecuación toma a P como la presión externa en el entorno y al subíndice i como la referencia de la fase ya sea sólida o líquida. La diferencia de presiones se verá afectada directamente proporcional por el radio de nucleación [23].

Desde la perspectiva química y considerando los reactivos más usuales, nitrato de zinc hexahidratado y hexametilentetramina (HMTA), las reacciones (en equilibrio) correspondientes a la síntesis serían las siguientes:





La adición de HMTA en la solución metálica de nitrato de zinc regula el pH de la reacción al proporcionar iones OH^- adicionales, además de ayudar en el crecimiento vertical por dar acceso solo a iones orientados al eje c [24].

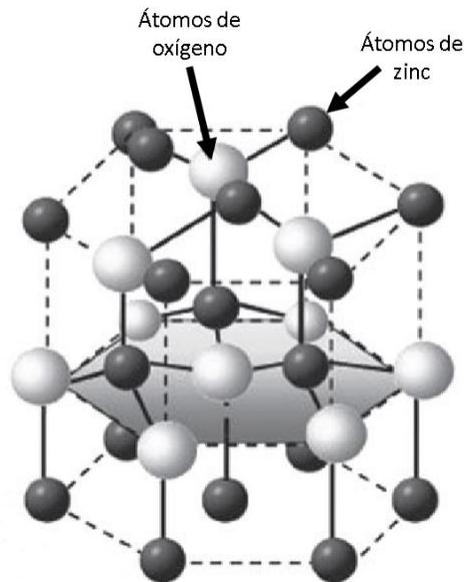


Figura 6. Estructura hexagonal del óxido de zinc (wurtzita).

La figura 6 muestra la representación de la estructura tipo wurtzita que tiene el óxido de zinc, tiene átomos de oxígeno en la estructura hexagonal y en una estructura tetraédrica distorsionada se encuentran los átomos de zinc. Esta estructura no tiene una simetría central, sus superficies son polares y a lo largo del eje c (hacia donde se orienta) tiene una divergencia en la energía superficial; estas características logran generar en la superficie propiedades de repelencia o atracción de líquidos, lo que se conoce como hidrofóbico o hidrofílico [25].

HIDROFOBICIDAD DEL ÓXIDO DE ZINC (ZNO)

La manipulación de las orientaciones cristalográficas es capaz de generar superficies polares y no polares sobre la superficie del óxido de zinc, la estructura hexagonal (wurtzita) presenta 3 direcciones de crecimiento rápido: plano c , a y m . La dirección sobre el plano c es la más rápida creando capas de iones $[0001]$ comunes en los nanocables de óxido de zinc por ser la superficie polar del material. Los planos a y m pertenecen a superficies no polares, ambas superficies tienen diferentes humectabilidades que son capaces de caracterizar midiendo el ángulo de contacto [26].

Semilla

Uno de los factores que propician la homogeneidad de la superficie para generar nanocables estables, verticales y hexagonales es la semilla. Contar con una semilla homogénea sobre la superficie generará el crecimiento vertical, como lo explica L.-W. Ji et al. en su artículo del 2009 “*Effect of seed layer on the growth of well-aligned ZnO nanowires*” mantener capas densas fuertemente orientadas hacia el eje c afectan directamente la dirección del crecimiento de los nanocables, como se puede observar en la figura 7 obtenida del mismo trabajo, tener un espesor grande permitirá mejorar la calidad de los nanocables [27].

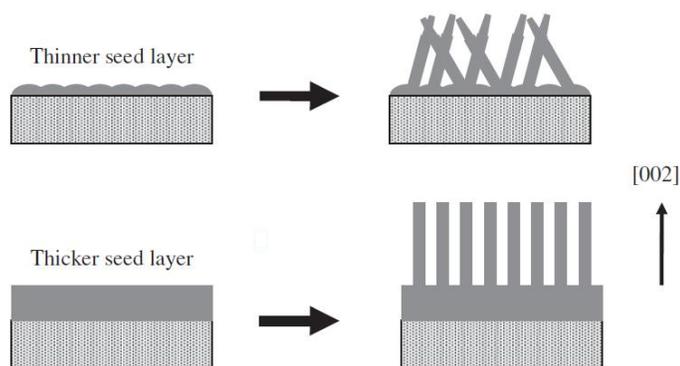


Figura 7. Esquema del mecanismo de crecimiento de nanocables según la semilla [27].

Además de que los nanocables pueden no crecer de manera vertical la semilla es fundamental en la estructura que tomará el cable, tener una buena dispersión de la semilla sobre la superficie y evitar las aglomeraciones o partículas grandes generará estructuras semejantes. En el trabajo “*Growth mechanism studies of ZnO nanowire arrays*

via *hydrothermal method*” del 2014 publicado por Clotaire Chevalier César, muestran un posible mecanismo de crecimiento por la dispersión de la semilla (figura 8) [28] [29].

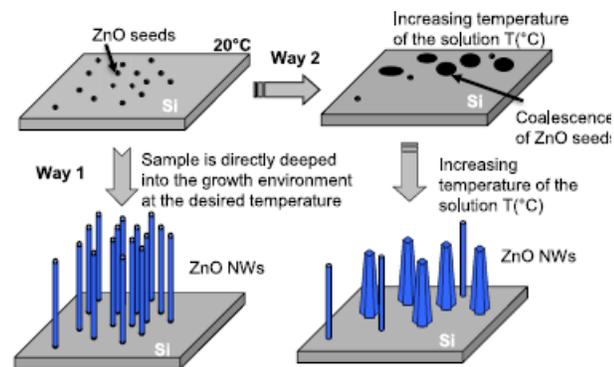


Figura 8. Esquema de dos posibles rutas de la síntesis de nanocables [28].

pH

La estructura ideal para obtener superficies hidrofóbicas es la hexagonal, aunque no es la única que se puede obtener y que puede encapsular aire entre sus estructuras se debe tener en cuenta que la forma la determinará el pH de la solución durante el proceso de síntesis.

Existen trabajo como el de del 2009 titulado “*Surface Wettability of Nanostructured Zinc Oxide Films*” que demuestran como cambia el crecimiento y la distribución de las nanoestructuras por el valor de pH, en un valor de 4 los nanocables no son verticales y existen huecos entre ellos, para un valor de 6 la superficie se encuentra con más estructuras y menos huecos pero en un pH 7 la superficie se encuentra completamente colmada de nanoestructuras formando una capa densa que permite atrapar aire [30].

Todo lo anterior descrito podría deberse al tipo de estructura que se forma a diferentes pH, D. Vernardou et al. en su trabajo “*pH effect on the morphology of ZnO nanostructures grown with aqueous chemical growth*” publicado en 2007 menciona las posibles formas que pueden adquirir las nanoestructuras según el pH al que este sometida la síntesis [31].

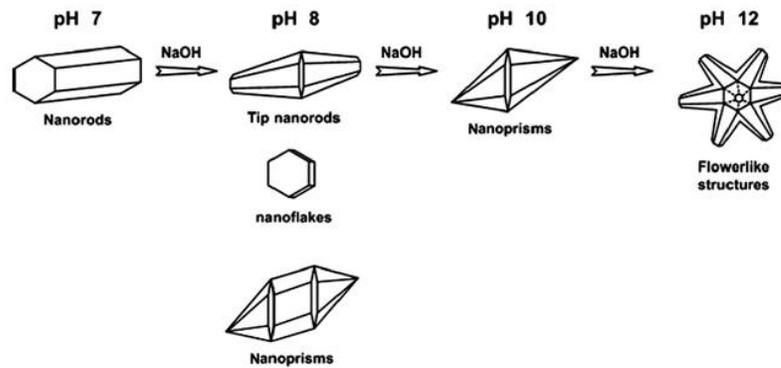


Figura 9. Posibles formas obtenidas a diferentes pH [31]

Como se puede observar en la figura 9 según el valor se pueden formar estructuras diversas, para poder obtener solamente nanocables hexagonales la solución de síntesis debe controlarse a un pH de 7 [31].

La forma, tamaño, densidad y dirección de las estructuras es lo primordial para lograr un efecto hidrofóbico o hidrofílico sobre las superficies, sin embargo, una vez que se tienen todas estas características se debe tomar en cuenta que existen dos estados en que pueden estar las gotas sobre el sólido (figura 10), el estado Wenzel y Cassie-Baxter [26].

Estado Wenzel

Este modelo señala que la gota mojará completamente la superficie pues penetra la interfaz sólido-aire por las altas fuerzas adhesivas.

Estado Cassie-Baxter

Este modelo describe que la gota se encontrará sobre las estructuras rugosas sin penetrarlas ya que debajo de ellas queda aire atrapado.



Figura 10. Modelado general de los estados Wenzel y Cassie-Baxter [26].

CARACTERIZACIONES DE NANOWIRES HIDROFÓBICOS

Lo que busca el presente trabajo es obtener superficies hidrofóbicas. Para lograrlo necesitamos que la energía superficial se mínima para que la interacción entre el área de contacto sólido con la superficie líquida también sea mínima.

Así mismo la tensión superficial adquirida por el material gracias a su rugosidad hará que las gotas de agua adquieran una forma esférica. Estas gotas estarán en estado Cassie-Baxter, este estado explica que la gota permanece sobre las estructuras ya que el aire queda atrapado entre las cavidades estructurales.

Según su aplicación estas superficies deben poseer diferentes características que se corroboran mediante la caracterización de las pruebas realizadas:

Caracterización	Resultado	Importancia
Microscopia electrónica de barrido	Dimensiones de las nanoestructuras cultivadas	Observar y medir las estructuras sintetizadas
EDS	Análisis cualitativo y semicuantitativo de los elementos presentes	Verificar la existencia de óxido de zinc sobre la superficie.
Ángulo de contacto	Valor del ángulo estático de la interacción de la superficie líquida y sólida.	Catalogar las superficies y seleccionar el mejor proceso

CAPÍTULO 4. ESTADO DEL ARTE

Cambiar el tamaño, forma o funcionalización de algunos materiales se ha vuelto uno de los temas más observados por los científicos gracias a que la nanotecnología asiste al diseño de materiales avanzados con diferentes propiedades ópticas, electrónicas, magnéticas y catalíticas [32]. Para alcanzar estas particularidades se requieren de síntesis controladas para lleguen a rutas confiables que puedan ser ejecutadas y replicadas dando nanoestructuras funcionales y útiles [21].

El presente trabajo pretende abordar estructuras 1D resaltando sus propiedades hidrofóbicas, específicamente en los nanocables (nanowires), estos poseen un diámetro menor o igual a 100 nanómetros (nm). Los nanowires se pueden producir a partir de diversos materiales como silicio, germanio, cromo, carbón, oro, cobre, zinc, entre otros. Una de las técnicas más utilizadas para la síntesis es el método hidrotermal que vincula la solubilidad de los minerales en agua además de la temperatura y la presión [33].

AUTORES	RESULTADOS	CARACTERIZACIÓN
S. Tuscharoen, et al.	Sintetizaron mediante el método hidrotermal nanovarillas monocristalinas hexagonales	FE-SEM, DRX, TEM
Gowthaman S., et al.	Síntesis de nanoestructuras de ZnO con el método hidrotermal	FE-SEM, módulo de Young, ángulo de contacto
C. Florica, et al.	Por oxidación directa sintetizaron ZnO NW tipo wurtzita	DRX, SEM, ángulo de contacto
Paul R. et al.	Con deposición química de vapor sintetizar nanovarillas de óxido de zinc	SEM, TEM, morfología, ángulo de contacto
Jihoon Chung, et al.	Sintetizar hidrotermalmente ZnO NW tipo wurtzita	FE-SEM, ángulo de contacto, rugosidad

Dulce Viridiana Melo Máximo, et al.	Mediante el método hidrotermal sintetizar ZnO NW tipo wurtzita	FE-SEM, DRX, ángulo de contacto
S. Boubenia, et al.	Sintetizar nanocables de óxido de zinc sobre un sustrato de oro controlando su densidad con hidróxido de amonio.	SEM, AFM, DRX, espectroscopia Raman
X.H. Wang, et al.	Sintetizar sobre vidrio de cuarzo mediante deposición química de vapor nanocables de óxido de zinc hexagonales.	FE-SEM, DRX, TEM, espectrofotómetro Uv.

**CAPÍTULO 5. SÍNTESIS Y
CARACTERIZACIÓN DE
RECUBRIMIENTOS
NANOESTRUCTURADOS
HIDROFÓBICOS**

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Basada en la inclinación del ángulo de contacto y siendo una propiedad químico-física la hidrofobicidad se ha vuelto un tema de interés. Recientemente las investigaciones se han centrado en la propiedad de estos materiales con la finalidad de conseguir materiales repelentes al agua y evitar sus efectos.

Para que el líquido no interactúe en la superficie sólida se produce un cambio en la interfaz manteniendo por el ángulo de contacto generado por el recubrimiento depositado, generalmente esta película contiene estructuras nanométricas que mantienen aire entre ellas.

En la naturaleza podemos encontrarnos distintos ejemplos de sustancias y superficies hidrofóbicas como lo son los aceites o las grasas, así como también algunas plantas, esto es posible por la repelencia al agua que poseen las moléculas no polares.

Actualmente la propiedad hidrofóbica se ha llevado a la elaboración de recubrimientos para diferentes áreas industriales como lo son la aeroespacial, la construcción, las energías alternativas y sobre todo en lo que se conoce como materiales del futuro.

Es posible elaborar estas películas mediante distintos métodos, ya sea un proceso por láser, técnica sol-gel, grabado químico o inmersión en solución de manera hidrotermal. Cada método da resultados efectivos, pero varían en el costo y el tiempo.

El método de inmersión en solución es uno de los más costeables y que modifican de manera eficaz la rugosidad de la superficie para lograr una baja energía superficial obteniendo hidrofobicidad sobre el material tratado. La síntesis de recubrimientos con una estabilidad a largo plazo es el desafío actual por lo que se trabajará esta investigación.

OBJETIVO GENERAL

Sintetizar nanoestructuras 1D, conocidas como nanocables, mediante el método hidrotermal que tengan propiedades hidrofóbicas y caracterizarlos.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar el diseño de experimento a fin de identificar las variables más importantes del proceso para obtener nanoestructuras tipo 1D.
- Realizar la modificación superficial de sustratos de vidrio a través de la obtención de semillas por síntesis química y depositarlas por spin-coating y dip-coating.
- Obtención del tamaño de partícula y potencial ζ por dispersión de luz.
- Sintetizar recubrimientos nanoestructurados 1D mediante método hidrotermal sobre semillas sintetizadas químicamente.
- Caracterizar microestructuralmente los recubrimientos por microscopía electrónica de barrido + análisis por dispersión de energía, mapeo por elementos.
- Evaluar el ángulo de contacto para identificar las superficies hidrofóbicas.

CAPÍTULO 6. EXPERIMENTACIÓN

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Se realizó una síntesis química para obtener la semilla que se depositó por dos vías distintas sobre el sustrato, posteriormente se cultivaron los nanocables de óxido de zinc por el método hidrotérmal, finalmente se caracterizaron las muestras obtenidas por microscopía electrónica de barrido, se realizó un análisis EDS y se midió el ángulo de contacto.

Sustrato

Para este trabajo se utilizó vidrio convencional que se obtuvo de portaobjetos para microscopía óptica. Cada sustrato se cortó aproximadamente de 1 pulgada cuadrada obteniendo 3 de cada uno, se formaron 3 grupos de sustratos (figura 11).



Figura 11. Porta muestras de vidrio utilizados para los sustratos.

Todos los sustratos se lavaron con jabón líquido y agua después de este proceso se enjuagaron con agua destilada y finalmente se limpiaron con alcohol y acetona, se secaron con aire comprimido y se mantuvieron sin contacto hasta su utilización.

Semilla en solución

GRUPO1: Para la síntesis de la semilla de nanoestructuras de óxido de zinc se realizaron dos metodologías:

La primera utilizó 25mL de hidróxido de sodio 0.03 M y 25mL de Acetato de zinc 0.01 M ambas disueltas en metanol. Una vez que se cuenta con las soluciones en un frasco se coloca la solución de acetato de zinc y se lleva a la parrilla magnética para ponerlo en agitación y elevar su temperatura hasta 60°C en baño maría. Antes de alcanzar la temperatura de proceso se gotea lenta y constantemente la solución de

hidróxido de sodio a la solución de zinc, una vez terminado el frasco se tapa y se deja en agitación manteniendo la temperatura durante 2 horas (solución 1).

La segunda utilizó 25mL de hidróxido de sodio 0.08 M y 25mL de Acetato de zinc 0.04 M, ambas disueltas en metanol. En esta metodología se mantuvo la solución de hidróxido de sodio en agitación con temperatura 60°C durante 30 minutos, al término de este tiempo se adicionó de manera constante y por las paredes del frasco la solución de acetato de zinc, se dejó en agitación con temperatura durante 2 horas más (solución 2). Las soluciones resultantes presentaban una coloración ligeramente blanquecina lo que se dedujo como estructuras grandes, se dejaron enfriar a temperatura ambiente y en la oscuridad (figura 12).

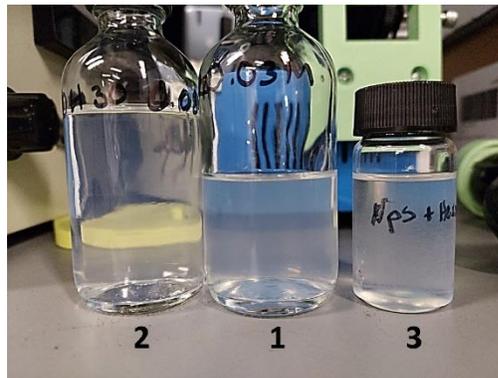


Figura 12. Soluciones de semilla.

Cuando las soluciones se encontraban frías tenían un precipitado blanco por lo que se decidió realizar pruebas con cada una de ellas, además de tomar una muestra de 10mL aproximadamente de la primera solución y añadirle 3 gotas de hexano para estabilizarlas (solución 3). Con estas tres soluciones se realizaron 21 muestras para elegir la mejor para realizar el cultivo de los nanocables. Cabe mencionar que estas muestras se sometieron a dos modificaciones después de elegir las dos soluciones para el primer cultivo, la primera modificación fue temperatura y la segunda exposición a luz ultravioleta (ver apéndice).

GRUPO 2: Se eligió la primera solución y la solución que contenía hexano, con estas dos soluciones se realizaron 16 muestras a las que se llevaron al cultivo de nanocables por método hidrotermal.

GRUPO 3: Nuevamente se sintetizaron nanoestructuras de óxido de zinc para renovar la semilla y realizar 24 pruebas más, se siguió la metodología de la primera solución, se prepararon dos soluciones de las cuales una solución resultante no presentó el color blanco mientras que la otra sí (figura 13).



Figura 13. Soluciones de las semillas seleccionadas.

Depósito de la semilla sobre los sustratos

El depósito de las semillas se llevó a cabo por dos procesos: *spin-coating* y *dip-coating*.

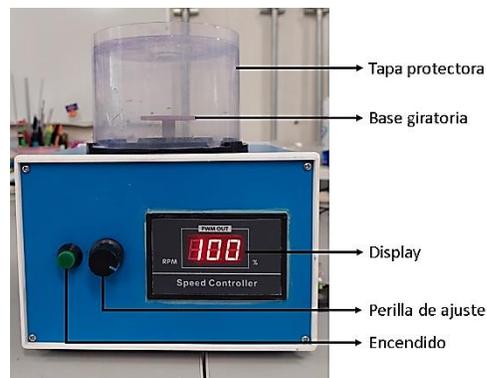


Figura 14. Equipo de *spin-coating*.

El proceso de *spin-coating* o *centrifugado* consiste en depositar de manera uniforme sobre una superficie plana un recubrimiento. El equipo que se utilizó en este trabajo fue el que se muestra en la figura 14. El equipo cuenta con una base para situar el sustrato, una tapa de protección, perilla de ajuste para las revoluciones por minuto, un display para visualizar en porcentaje la velocidad que va de 0 a 10,000 y botón de encendido. Es importante elegir las revoluciones y programarlas antes de encender el equipo con la

muestra puesta para no errar en los resultados pues comienza a girar en cuanto se enciende.

Se eligen las revoluciones por minuto para cada muestra y el tiempo de procesamiento; se coloca el sustrato en la base giratoria del equipo y se añaden con una micropipeta 100 μ L de la solución a depositar cubriendo la totalidad de la superficie posteriormente se coloca la tapa protectora para poder encender el equipo, una vez que se termina el proceso se apaga el equipo para detener los giros y se quita con ayuda de unas pinzas la muestra para dejarla secar a temperatura ambiente y poder medir el ángulo de contacto.

De las primeras 21 muestras (grupo 1) se realizaron 15 por spin-coating de la siguiente manera, tabla 1:

Tabla 1. Características de las semillas depositadas por spin-coating

Muestra	Solución	Giro (RPM)	Tiempo (segundos)
G10N	Solución 1 sin precipitado	1,000	30
G50N	Solución 1 sin precipitado	5,000	30
G100N	Solución 1 sin precipitado	10,000	30
G10M	Solución 1 agitada para mezclar precipitado	1,000	30
G50M	Solución 1 agitada para mezclar precipitado	5,000	30
G100M	Solución 1 agitada para mezclar precipitado	10,000	30
3010N	Solución 2 sin precipitado	1,000	30

3050N	Solución 2 sin precipitado	5,000	30
30100N	Solución 2 sin precipitado	10,000	30
3010M	Solución 2 agitada para mezclar precipitado	1,000	30
3050M	Solución 2 agitada para mezclar precipitado	5,000	30
30100M	Solución 2 agitada para mezclar precipitado	10,000	30
H10N	Solución 3 sin precipitado	1,000	30
H50N	Solución 3 sin precipitado	5,000	30
H100N	Solución 3 sin precipitado	10,000	30
H10M	Solución 3 agitada para mezclar precipitado	1,000	30
H50M	Solución 3 agitada para mezclar precipitado	5,000	30
H100M	Solución 3 agitada para mezclar precipitado	10,000	30

Como se mencionó anteriormente las soluciones al dejarse enfriar exhibieron un precipitado que se insinúa son las partículas más grandes por lo que la mitad de las muestras se realizaron sin mezclar las soluciones y para la otra mitad se agitó la solución para homogeneizarla.

El proceso de *dip-coating* o *por inmersión* consiste en sumergir el sustrato en la solución a depositar, es uno de los procesos más eficaces para ajustar el grosor de la

capa fácilmente. Se utilizó un vaso de precipitado y unas pinzas para evitar el contacto con el sustrato. Como se muestra en la figura 15, el proceso es simple ya que se toma de una esquina el sustrato y se sumerge en la solución, esto puede repetirse las veces que se requieran. Es crucial que el vaso utilizado se lave y no tenga ningún tipo de residuos para evitar la contaminación; se añade solución suficiente para cubrir el sustrato, cuidadosamente se sumerge uno de los vidrios, para quitar el exceso se coloca verticalmente sobre una toalla de papel de baja pelusa y posterior se deja secando a temperatura ambiente.

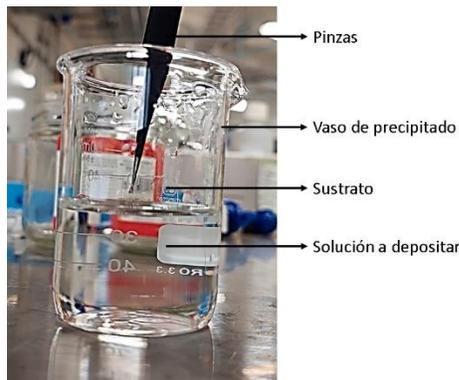


Figura 15. Proceso de dip-coating.

Las 6 muestras faltantes de las 21 de la primera etapa se realizaron por este método de la siguiente manera, tabla 2:

Tabla 2. Características de las semillas depositadas por dip-coating

Muestra	Solución	Inmersiones	Tiempo (segundos)
GN1	Solución 1 sin precipitado	1	3
GM1	Solución 1 agitada para mezclar precipitado	1	3
30N1	Solución 2 sin precipitado	1	3
30M1	Solución 2 agitada para mezclar precipitado	1	3

HN1	Solución 3 sin precipitado	1	3
HM1	Solución 3 agitada para mezclar precipitado	1	3

Al igual que con las muestras de spin-coating la mitad de las muestras se realizaron sin mezclar las soluciones evitando el precipitado y la otra mitad agitando la solución.

En el grupo 2 de las 16 muestras elaboradas 10 fueron por spin-coating con las siguientes condiciones, tabla 3:

Tabla 3. Semillas seleccionadas depositadas por spin-coating

Muestra	Solución	Giro (RPM)	Tiempo (segundos)
Z20	Solución 1	2,000	30
Z40	Solución 1	4,000	30
Z60	Solución 1	6,000	30
Z80	Solución 1	8,000	30
Z100	Solución 1	10,000	30
H20	Solución 3	2,000	30
H40	Solución 3	4,000	30
H60	Solución 3	6,000	30
H80	Solución 3	8,000	30
H100	Solución 3	10,000	30

Para estas muestras se varió de manera escalada las revoluciones por minuto del proceso, las soluciones se utilizaron sin combinar el precipitado.

De igual forma las muestras por dip-coating las soluciones se utilizaron sin la combinación del precipitado y se modificó el número de inmersiones como lo muestra la tabla 4:

Tabla 4. Semillas seleccionadas depositadas por dip-coating

Muestra	Solución	Inmersiones	Tiempo (segundos)
DZ1	Solución 1	1	1
DZ5	Solución 1	5	1
DZ10	Solución 1	10	1
DH1	Solución 3	1	1
DH5	Solución 3	5	1
DH10	Solución 3	10	1

Entre cada una de las inmersiones hay un tiempo de espera de 1 segundo aproximadamente, además de eliminar el excedente al terminar las inmersiones propuestas.

En el grupo 3 se realizaron la mitad de las muestras (12) por spin-coating; en 6 de ellas se depositó la solución cristalina y en las otras 6 se depositó la solución blanca, las condiciones se pueden visualizar en la tabla 5.

Tabla 5. Características del depósito por spin-coating con nuevas semillas

Muestra	Solución	Giro (RPM)	Tiempo (segundos)
SK10	Cristalina	3,000	10
SK20	Cristalina	3,000	20
SK30	Cristalina	3,000	30
SK40	Cristalina	3,000	40
SK50	Cristalina	3,000	50

SK60	Cristalina	3,000	60
SC10	Blanca	3,000	10
SC20	Blanca	3,000	20
SC30	Blanca	3,000	30
SC40	Blanca	3,000	40
SC50	Blanca	3,000	50
SC60	Blanca	3,000	60

En la literatura se encontró que la velocidad ideal para que sobre la superficie quede un depósito homogéneo son 3,000 revoluciones por minuto por lo que las muestras del grupo 3 no se varió la velocidad si no el tiempo de deposición, desde 10 hasta 60 segundos.

Cultivo de los nanocables de óxido de zinc

El método hidrotermal utilizó 40mL de una mezcla de nitrato de zinc 0.025M y hexametilentetramina 0.025M para cada muestra. Las muestras se colocaron cuidadosamente en un soporte apoyándose de cinta kapton, por su estabilidad en un amplio rango de temperaturas de hasta 250°C, como se muestra en la figura 16a. Las muestras se sumergieron cuidadosamente y de manera lateral (evitando las burbujas de aire en la superficie) en la mezcla de nitrato de zinc y hexametilentetramina como lo muestra la figura 16b, cada uno de los vasos se cubrieron con papel aluminio y se llevaron al horno por 4 horas y 30 minutos (figura 16c).

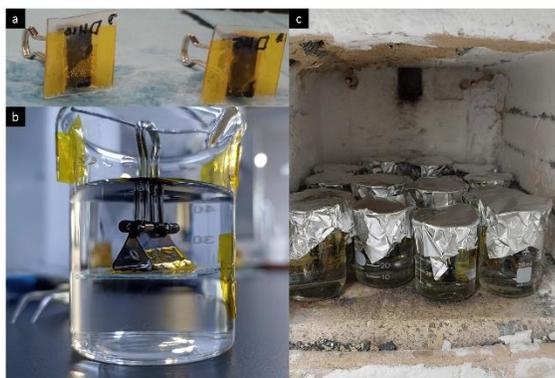


Figura 16. Colocación de las muestras para el cultivo de nanocables.

Las muestras se ingresaron por grupos, pasado el tiempo de síntesis se retiran los vasos del horno y se sacan los sustratos para su lavado con agua destilada. Se retira el exceso de líquido y se dejan secar a temperatura ambiente, una vez que se encuentran secas se etiquetan y guardan evitando su exposición a la luz.

CARACTERIZACIÓN

Tamaño de partícula y potencial ζ

Utilizando un Zetasizer Pro de la marca Malvern (figura 17) se realizó la medición del tamaño de partícula, el tamaño de la semilla influye en el crecimiento de los nanocables, una semilla tipo nanopartícula de 30 a 60 nm podría ser ideal. En el mismo equipo se midió el potencial ζ de las estructuras por su importancia en la medición de la estabilidad de las partículas que aporta la carga entre ellas.



Figura 17. Equipo de medición de partícula Zetasizer Pro

Medición del ángulo de contacto

La medición del ángulo de contacto se realizó mediante un equipo armado en el laboratorio [34], consiste de una cámara, una base móvil en los tres ejes y una pantalla de luz para mejorar la captura de la imagen (figura 18).



Figura 18. Equipo de medición de ángulo de contacto.

Se coloca la muestra sobre la base verificando que quede en el espacio de la cámara, se enciende la pantalla de luz para hacer un primer enfoque, con una micropipeta se añade una gota de $10\mu\text{L}$, se realiza un segundo enfoque sobre la gota y se captura. Ese archivo se lleva al software de uso libre ImageJ para analizarla con el complemento “Drop analysis-LB-ADSA” (figura 19) basado en el ajuste de la ecuación de Young-Laplace [35].

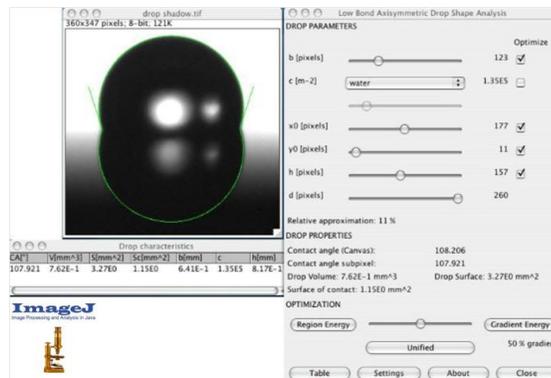


Figura 19. Interfaz del software libre ImageJ

Microscopia electrónica de barrido

Para analizar la superficie de la muestra y verificar la existencia de estructuras hexagonales, las muestras se analizaron con un microscopio electrónico de barrido Jeol JSM-6360LV (figura 20).



Figura 20. Microscopio electrónico de barrido Jeol JSM-6360LV del ITESM-CEM

Se coloca la muestra sobre el porta muestras y se ingresa a la cámara, una vez que se tienen las condiciones se comienza a observar la imagen. Las nanoestructuras no son fáciles de observar en este equipo por la resolución con la que cuenta sin embargo estructuras de 300 nm aproximadamente pudieron ser analizadas. De igual forma se realizó un análisis EDS en el mismo equipo con el software INCA

INCA acquisition process



Figura 21. Interfaz del software INCA para EDS

Se selecciona el sitio de interés para realizar el análisis, posteriormente se corre la prueba; en la pantalla irán apareciendo los picos de los elementos contenidos en la muestra, al terminar la prueba se elige el reporte deseado y se exporta.

CAPÍTULO 7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Selección de la semilla

Con el propósito de tener un punto de partida comparativo con los resultados que se obtuvieron se midió el ángulo de contacto del vidrio, este dio un resultado de 60.214° como lo muestra la figura 22. Como se mencionó anteriormente cuando el ángulo no pasa los 90° se considera hidrofílico como lo es este caso.

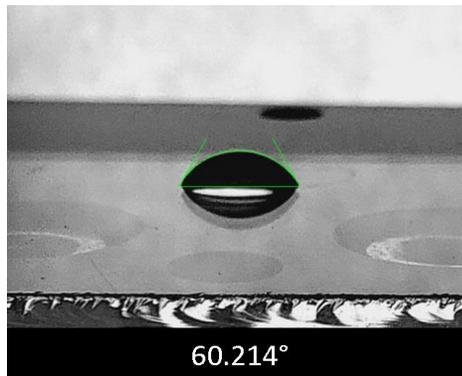


Figura 22. Ángulo de contacto de vidrio sin recubrimiento

La figura 23 exhibe los ángulos de contacto de las semillas para las muestras de la solución 1, el rango de estos ángulos se encuentra entre 30° y 75° considerándose hidrofílicos; como los valores se encuentran alejados entre sí y son pocos para realizar una regresión lineal se obtuvo el promedio, siendo este de 44.5368° .

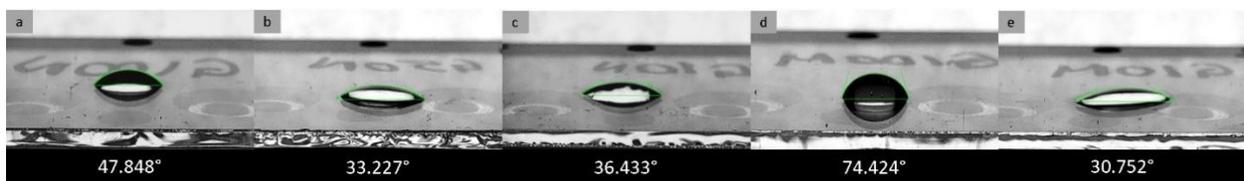


Figura 23. Ángulos de contacto de semillas de la solución 1. Muestras: a) G100N, b) G50N, c) G10N, d) G100M, e) G10M

Las semillas de la solución 2 se pueden visualizar en la figura 24, presentó valores por debajo de los 50° que se catalogan como hidrofílicos. Al igual que con la solución 1 se calculó el promedio entre ellos dando como resultado 40.054° .

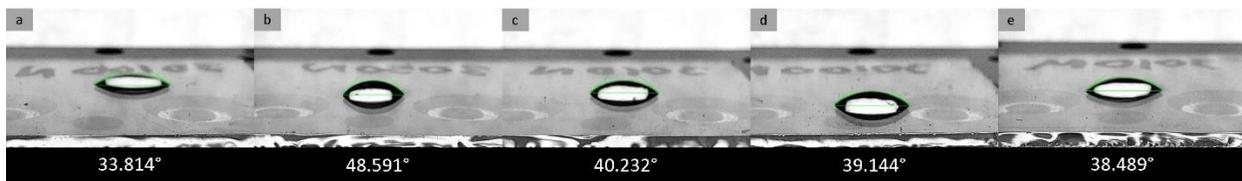


Figura 24. Ángulos de contacto de semillas de la solución 2. Muestras: a) 30100N, b) 3050N, c) 3010N, d) 30100M, e) 3010M

Las semillas de la solución 3 al igual que las dos anteriores son hidrofílicas sin embargo los ángulos son mayores promediando 62.3088° .

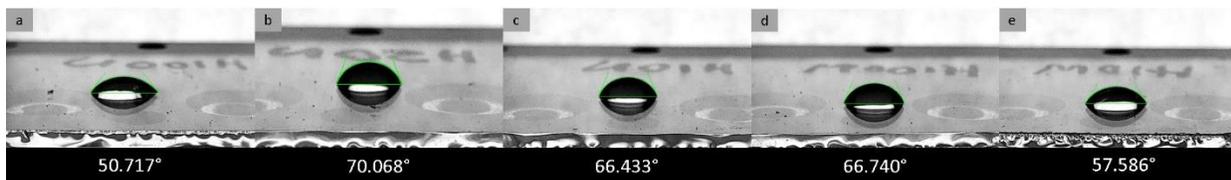


Figura 25. Ángulos de contacto de semillas de la solución 3. Muestras: a) H100N, b) H50N, c) H10N, d) H100M, e) H10M

Los promedios obtenidos de las semillas se compararon con el ángulo de partida para poder seleccionar la solución a utilizar. La grafica que muestra la figura 26 muestra el valor de partida (línea roja) y los 3 promedio obtenidos de las soluciones, solo uno estos valores sobrepasan el inicial por lo que esa es una de las soluciones seleccionadas (solución 3), la segunda solución seleccionada es la que más cercana se encuentra al ángulo del vidrio que es la solución 1.

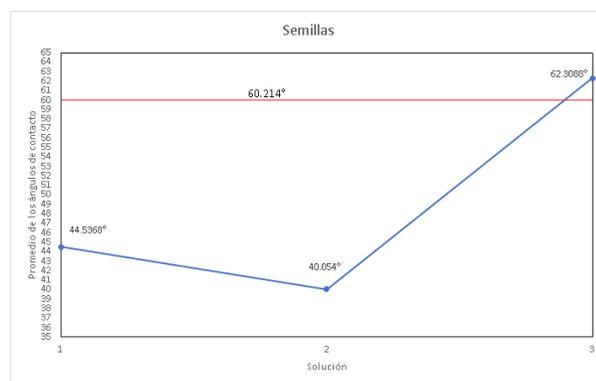


Figura 26. Promedios de los ángulos obtenidos de las semillas.

Es posible que la estabilidad de la solución 1 y 3 haya sido mejor que la de la solución 2 por lo que el ángulo es mayor; el aumento en el ángulo de la solución puede atribuirse al hexano que se le añadió para evitar las aglomeraciones entre las partículas.

Los resultados anteriores pertenecen al método de depósito por spin-coating, los resultados para dip-coating en esta primera etapa de experimentación los muestra la figura 27, esta se divide a y b son de la solución 1, c y d pertenecen a la solución 2, por último, e y f de la solución 3.

Como solo se realizó una inmersión no se puede realizar un comparativo para la selección de la semilla, aunque si se obtienen los promedios al igual que en spin-coating la solución 1 y 3 son los mayores; así mismo podemos observar que en este proceso se encontró el ángulo de contacto más pequeño que es de 15.254° y puede considerarse como superhidrofílico.

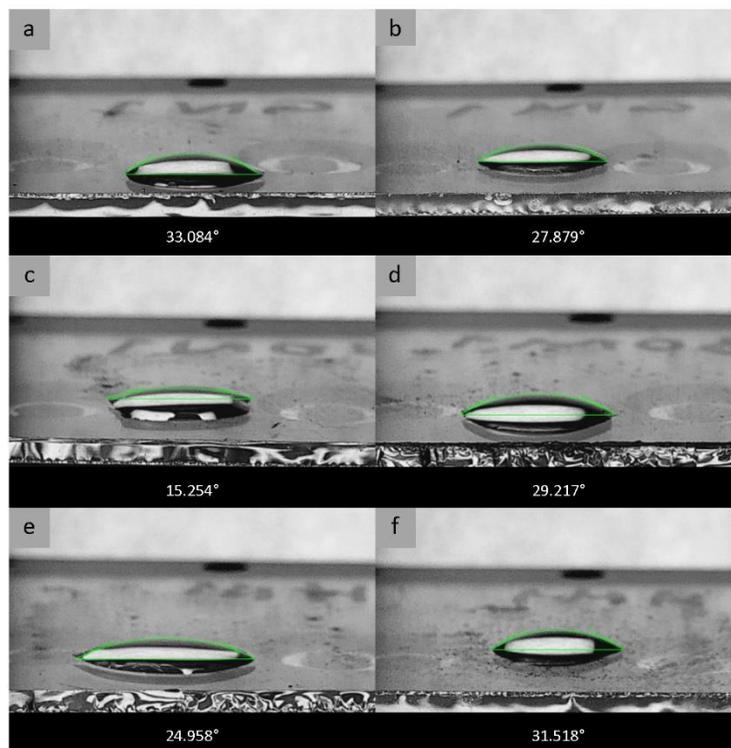


Figura 27. Ángulos de contacto de semillas. Muestras: a) GN1, b) GM1, c) 30N1 d) 30M1, e) HN1, f) HM1

Se caracterizó el tamaño de partícula y el potencial ζ de cada una de las soluciones para saber si las partículas eran demasiado grandes pues visualmente por la coloración se podía indicar que sí, la figura 28 muestra los resultados obtenidos del equipo Zetasizer para la solución 1; esta solución tuvo un tamaño de 3041 nm en otras palabras las partículas suspendidas en esta solución son de aproximadamente 3 micras a pesar de

esto las partículas exhiben un potencial ζ de -32.12 mV el cual es alto e indica que la solución tiene buena dispersión.

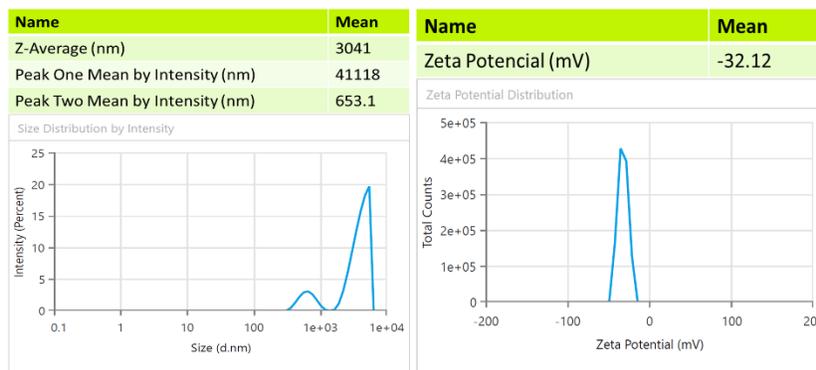


Figura 28. Tamaño de partícula y potencial ζ de la solución 1 para semillas.

La solución 2 muestra un promedio de partícula de 2229 nm o aproximadamente 2 micras, las partículas suspendidas en esta solución son más pequeñas que la anterior al igual que su potencial ζ que es de -23.12 mV lo que indica que es más propensa a coagular o flocular (figura 29).

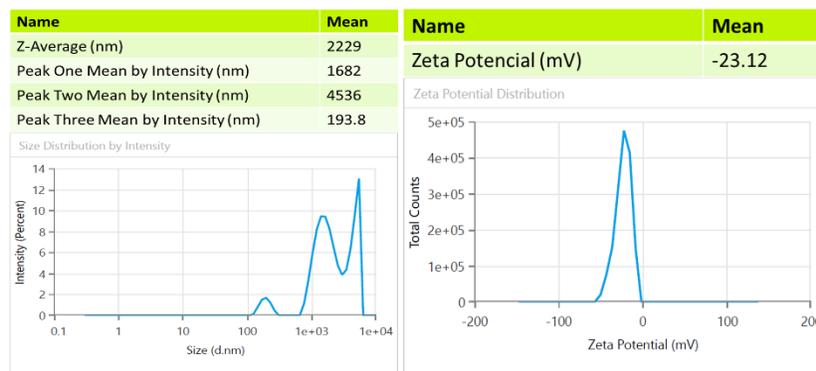


Figura 29. Tamaño de partícula y potencial ζ de la solución 2 para semillas.

La solución 3 se le añadió hexano para ayudar a la estabilización de las partículas, sin embargo, el promedio de las partículas presentes en esta solución fue de 4599 nm, aproximadamente 4.5 micras, son las estructuras más grandes de las 3 soluciones además de tener el potencial ζ más alto con -33.58 mV. Es posible que la adición de hexano fuera lo que aumentó el potencial ya que esta solución proviene de la solución 1 que tuvo un potencial 1.46 mV más bajo (figura 30).

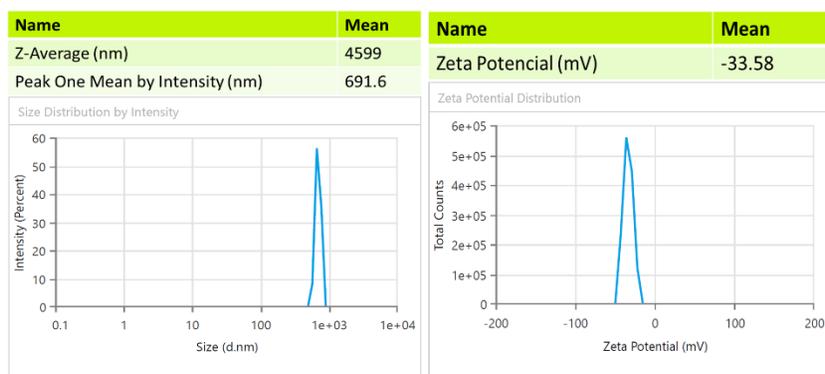


Figura 30. Tamaño de partícula y potencial ζ de la solución 2 para semillas.

El tamaño de partícula obtenido por el equipo Zetasizer es bastante grande para generar semillas, pero se debe tomar en cuenta que la medición no se realizó el mismo día en que se sintetizó por lo que existe la posibilidad de que las partículas crecieran en este lapso de tiempo.

Primer cultivo de nanocables de óxido de zinc: semilla

Una vez que se tuvieron las semillas seleccionadas se realizaron los sustratos para cultivar los primeros nanocables. Las primeras 10 muestras se depositaron por spin-coating, en la selección de la semilla se utilizaron 1,000, 5,000 y 10,000 revoluciones por minuto.

Al observar los resultados de los ángulos de contacto se decidió realizar una modificación de las velocidades para no tener solamente 6 resultados, se optó por la preparación de 5 muestras para cada solución, las revoluciones por minuto comenzaron en 2,000 y se fueron aumentando de 2 en 2 hasta llegar a 10,000 rpm; el tiempo de proceso fueron 30 segundos para cada muestra.

Así mismo se aumentaron las inmersiones en el proceso de dip-coating ya que se observó que no había manera de realizar un comparativo, finalmente se hicieron 1, 5 y 10 inmersiones por cada una de las soluciones obteniendo 6 muestras.

La figura 31 muestra el ángulo de contacto de la semilla de la solución 1, estos serán el comparativo utilizado para observar el cambio sobre la superficie con nanocables.

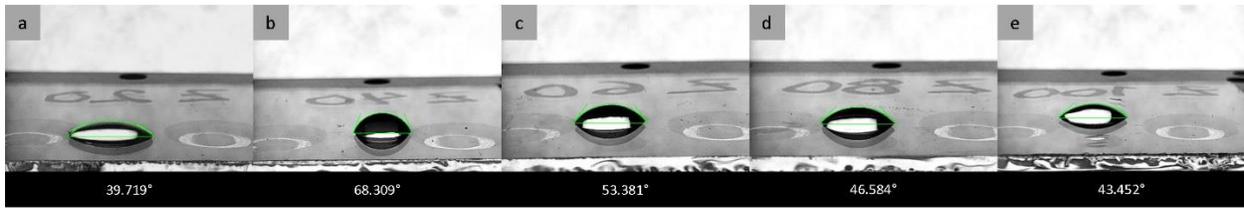


Figura 31. Ángulos de contacto de la semilla de la solución 1 por spin-coating por 30 segundos; a) 2,000 rpm, b)4,000 rpm, c) 6,000 rpm, d) 8,000 rpm, e) 10,000 rpm.

La figura 32 exhibe los ángulos de la semilla elaborada con la solución 3 que de igual manera se depositaron por spin-coating.

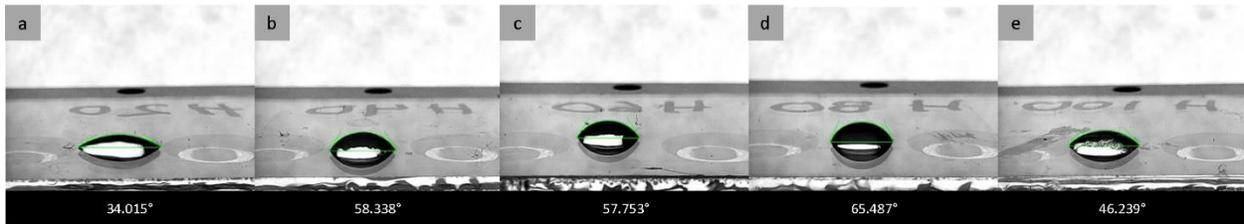


Figura 32. Ángulos de contacto de la semilla de la solución 3 por spin-coating por 30 segundos; a) 2,000 rpm, b)4,000 rpm, c) 6,000 rpm, d) 8,000 rpm, e) 10,000 rpm.

Los ángulos de contacto para el proceso de dip-coating de la primera solución los muestra la figura 33. Así mismo en la figura 34 podemos observar los ángulos de contacto de las semillas de la solución 3.

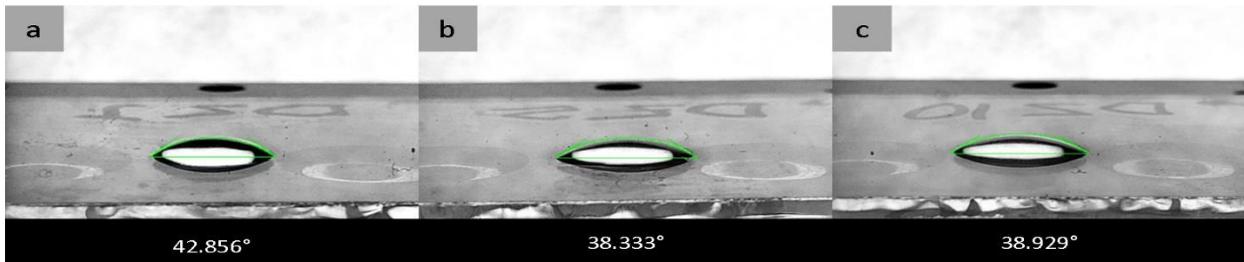


Figura 33. Ángulos de contacto de la semilla de la solución 1 por dip-coating; a) 1 inmersión, b)5 inmersiones, c) 10 inmersiones.

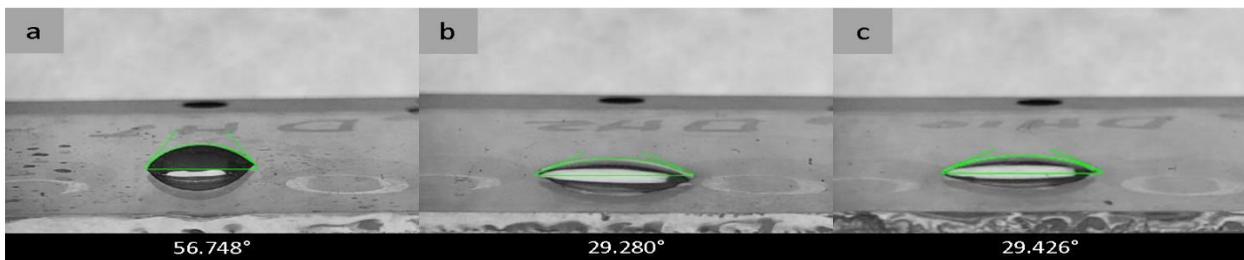


Figura 34. Ángulos de contacto de la semilla de la solución 3 por dip-coating; a) 1 inmersión, b)5 inmersiones, c) 10 inmersiones.

Cabe mencionar que estas muestras mostraron una capa blanca sobre la superficie al secarse, siendo un poco más blanca al aumentar las inmersiones. Es posible observar en la figura 34a como la superficie tiene manchas que posiblemente sean aglomeraciones de partículas.

Primer cultivo de nanocables de óxido de zinc

En la figura 35 se presenta la calendarización de la medición de los ángulos de contacto entre los meses mayo-agosto, es importante ya que se mantuvo un monitoreo del cambio del ángulo de contacto con el pasar de los días.

Se sintetizaron en el mes de mayo y se registró el ángulo cada 7 días por 35 días, durante este tiempo las muestras se conservaron en la oscuridad. Después de su última medición (día 35) se dejaron pasar 70 días para volver a medirlos.

Mayo							Junio							Julio							Agosto						
Lu	Ma	Mi	Ju	Vi	Sa	Do	Lu	Ma	Mi	Ju	Vi	Sa	Do	Lu	Ma	Mi	Ju	Vi	Sa	Do	Lu	Ma	Mi	Ju	Vi	Sa	Do
						1			1	2	3	4	5					1	2	3	1	2	3	4	5	6	7
2	3	4	5	6	7	8	6	7	8	9	10	11	12	4	5	6	7	8	9	10	8	9	10	11	12	13	14
9	10	11	12	13	14	15	13	14	15	16	17	18	19	11	12	13	14	15	16	17	15	16	17	18	19	20	21
16	17	18	19	20	21	22	20	21	22	23	24	25	26	18	19	20	21	22	23	24	22	23	24	25	26	27	28
23	24	25	26	27	28	29	27	28	29	30	25	26	27	28	29	30	31	29	30	31							
30	31																										

Figura 35. Calendarización de la medición de los ángulos de contacto para el primer cultivo.

Los días transcurridos mostraron cambios en todas las muestras, algunos disminuían al pasar los días y volvían a aumentar, además es importante mencionar que las mediciones hasta los 28 días se realizaron al centro de las muestras mientras que la de 35 días se cambió de zona, esto con la finalidad de comparar la secuencia que llevaban los valores registrados; la última medición se volvió a tomar en el centro.

La figura 36 muestra la forma que fue tomando la gota con el pasar de los días y como es que el valor de los ángulos también fue cambiando; podemos encontrar solo un ángulo hidrofóbico, Z40/35 días, con un valor de 96.387° (muestra por spin-coating de la solución 1).

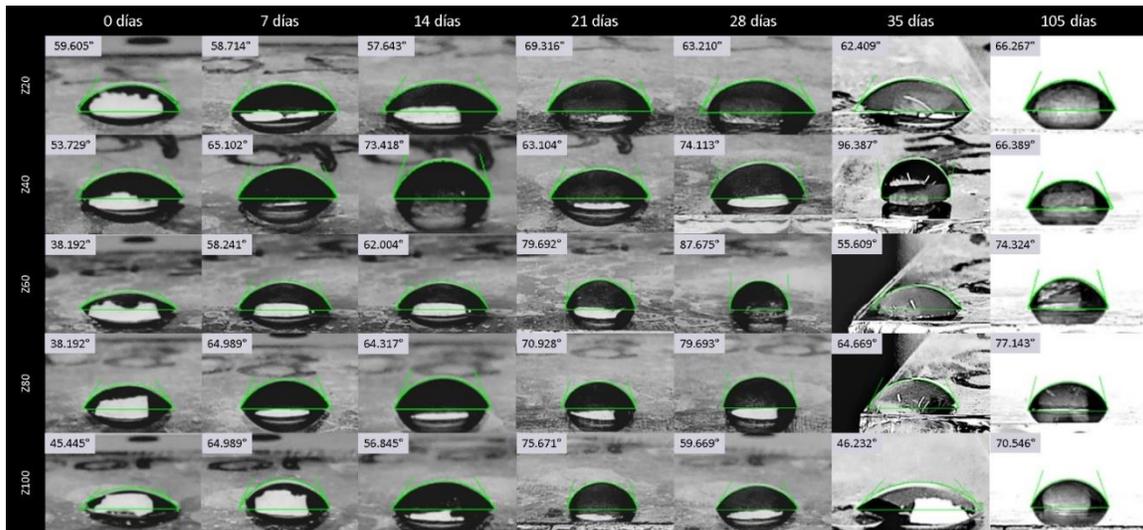


Figura 36. Cambio por el paso del tiempo desde la síntesis de los nanocables hasta 105 días después (spin-coating-solución 1).

La figura 37 muestra cómo cambia con el paso de los días la gota sobre las superficies de las muestras por spin-coating con la solución 3, los ángulos variaron poco entre ellos y se obtuvieron ángulos grandes al pasar más de 100 días.

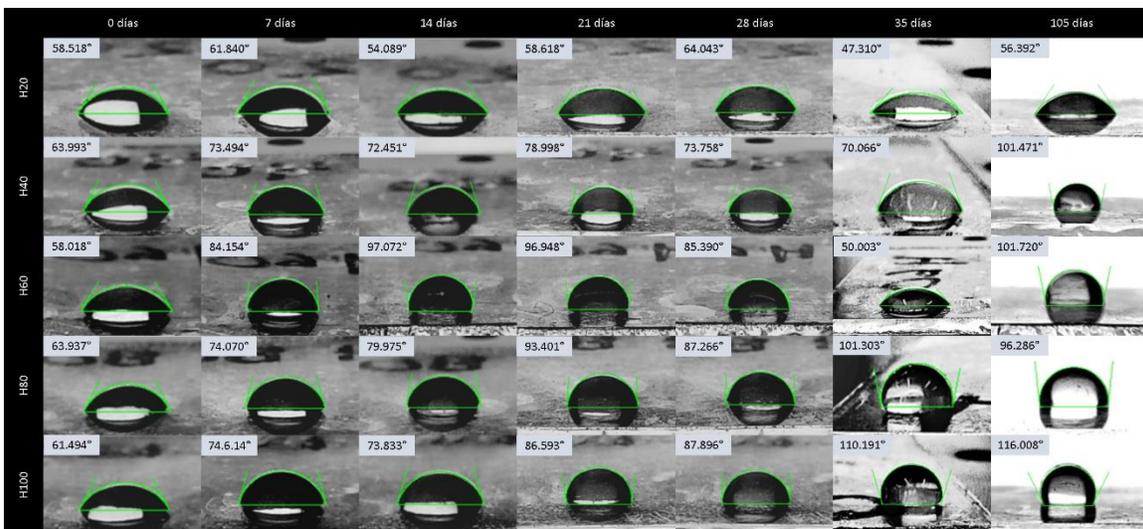


Figura 37. Cambio por el paso del tiempo desde la síntesis de los nanocables hasta 105 días después (spin-coating-solución 3).

Las muestras realizadas por dip-coating de la solución 1 se muestran en la figura 38, algunas de las muestras mostraron una tendencia al aumento del ángulo de contacto, al finalizar el paso del tiempo las 3 muestras tienen superficies hidrofóbicas.

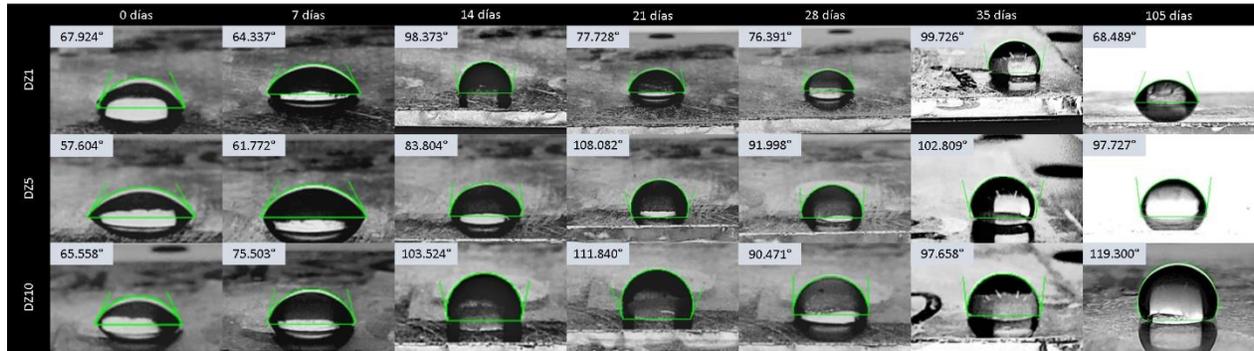


Figura 38. Cambio por el paso del tiempo desde la síntesis de los nanocables hasta 105 días después (solución 1).

La figura 39 muestra la variación entre el cambio de los ángulos de las muestras por dip-coating de la solución 3, como podemos observar el ángulo de la semilla se encuentra por debajo del ángulo del vidrio y con el paso del tiempo fue aumentando.

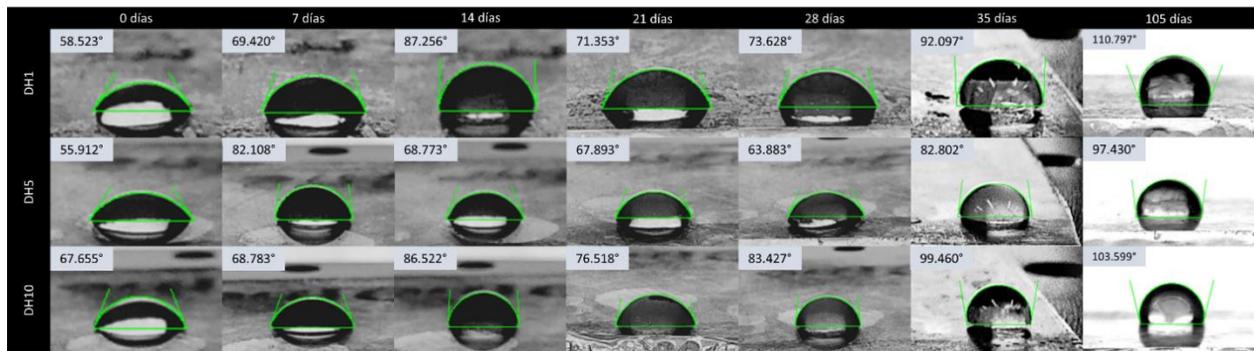


Figura 39. Cambio por el paso del tiempo desde la síntesis de los nanocables hasta 105 días después (solución 3).

Para poder mejorar la visualización de la variación en los ángulos se realizó una gráfica como se ve en la figura 40, en ella se encuentran dos líneas, la línea roja representa los 90° de hidrofobicidad y la línea amarilla el ángulo de contacto inicial perteneciente al vidrio sin recubrir. En la gráfica es fácil determinar cómo solo uno de los ángulos clasifica como hidrofóbico y como es que la mayoría queda entre el valor inicial y por debajo de los 90°.

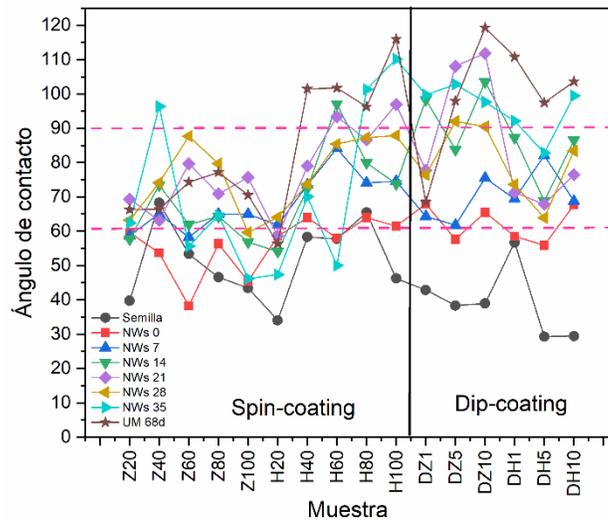


Figura 40. Gráfica comparativa del cambio de los ángulos de contacto con el paso del tiempo.

Segundo cultivo de nanocables de óxido de zinc

Con las nuevas soluciones elaboradas se volvieron a realizar semillas por spin-coating variando el tiempo de deposición de 10 a 60 segundos, aumentando 10 segundos a cada muestra siguiente, la velocidad de giro se mantuvo en 3,000 rpm. Los resultados de los ángulos de contacto de estas semillas se pueden observar en la figura 41 de la a-f; los valores se mantuvieron en un rango entre 24° a 40° y las formas de las gotas son alargadas y delgadas.

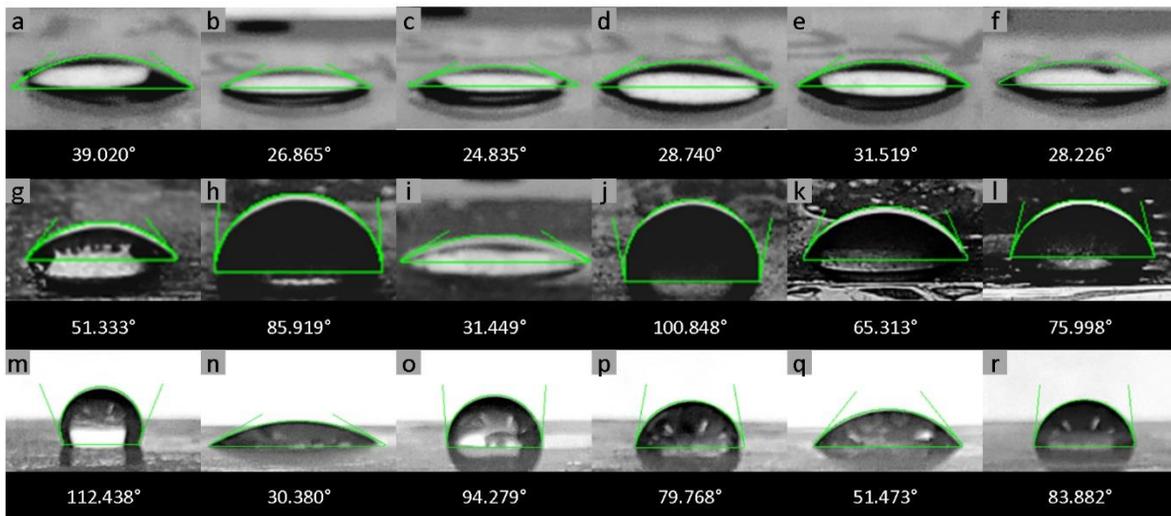


Figura 41. Ángulos de contacto de semillas (solución cristalina) por spin-coating con 3,000 rpm variando tiempo de deposición (a-f); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc el mismo día de su síntesis (g-l); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc 40 días después de su síntesis (m-r).

Después del proceso de crecimiento de los nanocables y cuando las muestras ya se encontraban secas se midió el ángulo de contacto nuevamente, en todas las superficies el valor del ángulo aumentó y se visualizó un ángulo de 100.848° lo que indica que la superficie es hidrofóbica. Posteriormente todas las muestras se guardaron en la oscuridad y se dejaron por 40 días, pasado este tiempo se midió nuevamente el ángulo de contacto obteniendo cambios como los muestra la figura 41 de la m-r.

La superficie que había mostrado el ángulo mayor bajó hasta los 79.768°, en cambio superficies que mostraban hidrofiliidad aumentaron, como es el caso de la muestra de 10 segundos de depósito de la semilla que alcanzó los 112.348°, otro ejemplo es la muestra de 30 segundos de deposición que obtuvo un ángulo de 94.279°.

Con la misma variación de tiempo de deposición y la velocidad de giro se realizaron muestras con la solución blanca sintetizada, la figura 42 muestra los resultados de los ángulos de la semilla (a-f), los nanocables el día de su síntesis (g-l) y 40 días después (m-r).

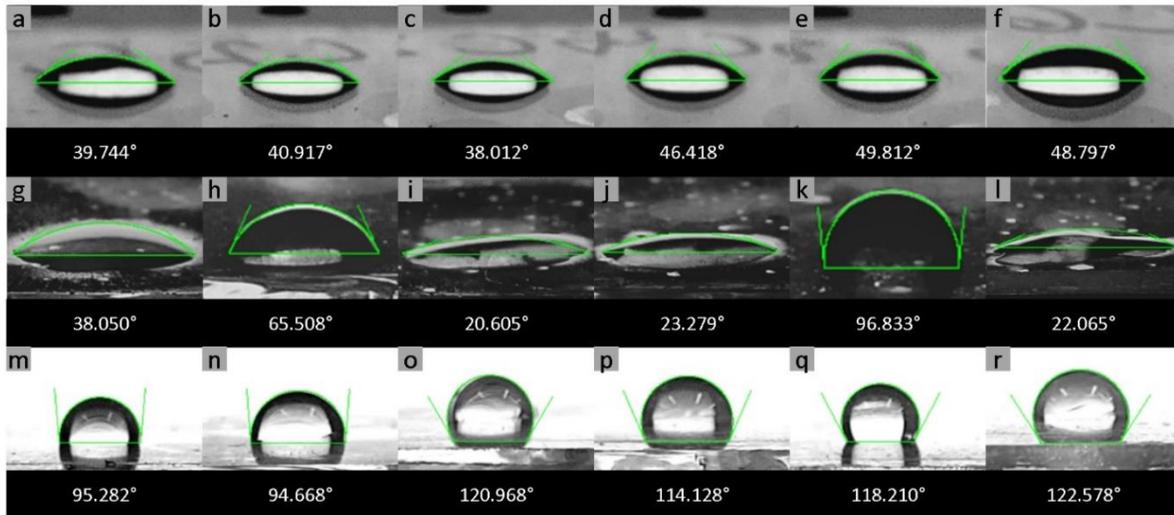


Figura 42. Ángulos de contacto de semillas (solución blanca) por spin-coating con 3,000 rpm variando tiempo de deposición (a-f); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc el mismo día de su síntesis (g-l); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc 40 días después de su síntesis (m-r).

El rango de las semillas es mayor al de la solución cristalina, va desde los 38° hasta casi los 50°, las gotas son más abultadas y menos alargadas por lo que el ángulo es mayor. La síntesis de los nanocables sobre la superficie presentó en 4 de las 6 muestras una disminución de su ángulo de contacto, las gotas de las imágenes i, j y l se volvieron más alargadas y cuando se estaba añadiendo la gota esta se esparció de manera inmediata mojando la superficie, sin embargo, una de las muestras (fig. 42k) alcanzó superar los 90° volviendo la superficie hidrofóbica.

De la misma manera se elaboraron muestras con semilla depositada por dip-coating aumentando el número de inmersiones cada 5 desde 5 hasta 30 inmersiones. Las imágenes de la a-f muestran los ángulos para las semillas, todas se mantienen en el rango de 30° a 40° y su forma es similar entre ellas. Las superficies con nanocables de óxido de zinc (figura 43 g-l) aumentaron los ángulos de contacto, pero ninguna de las superficies presentaba un valor de hidrofobicidad.

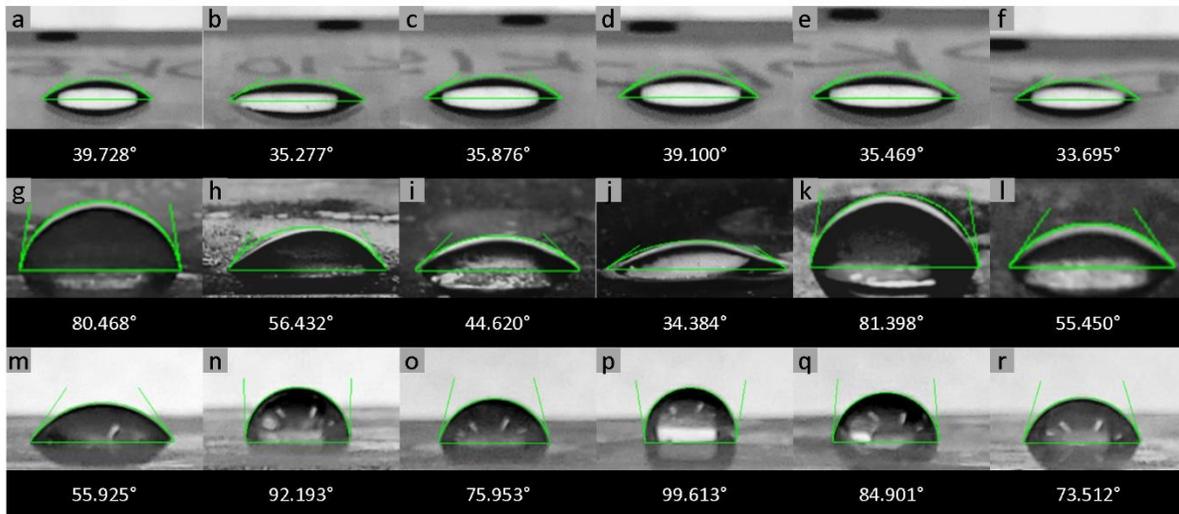


Figura 43. Ángulos de contacto de semillas (solución cristalina) por dip-coating con diferentes inmersiones (a)5, b)10, c)15, d)20, e)25, f)25); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc el mismo día de su síntesis (g-l); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc 40 días después de su síntesis (m-r).

Los nanocables cambiaron después de 40 días, la primera muestra disminuyó su ángulo mientras que las demás aumentaron y dos de ellas (n y p) clasifican como superficies hidrofóbicas. Como se puede observar en la muestra n y p la forma de la gota es similar a una esfera, esto se debe a las interacciones entre la superficie sólida y la del líquido.

En la figura 44 se pueden observar los ángulos de contacto para las muestras elaboradas por dip-coating con la solución blanca, estas muestras presentaron ángulos de semillas de entre 40° y 50° a excepción de la muestra “e” que pertenece a 25 inmersiones. El cultivo de los nanocables provocó un aumento en casi todos los ángulos de contacto salvo la muestra “i” y “l” en dónde hubo una disminución del mismo, al paso de los 40 días se obtuvieron 5 superficies hidrofóbicas (n-r) y una hidrofílica (m).

La forma de las gotas es más abultada y menos alargadas sobre todo en las muestras “n” y “r” que es posible observar el inicio del borde inferior de la gota, estas superficies son las que tienen el mayor ángulo de todas.

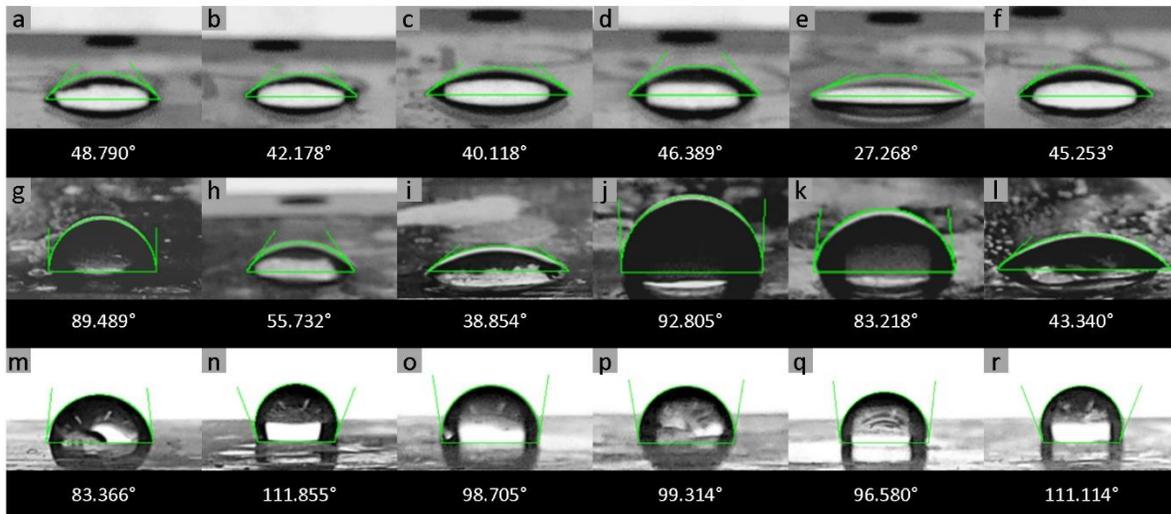


Figura 44. Ángulos de contacto de semillas (solución cristalina) por dip-coating con diferentes inmersiones (a)5, b)10, c)15, d)20, e)25, f)25); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc el mismo día de su síntesis (g-l); ángulos de contacto de nanocables de óxido de zinc 40 días después de su síntesis (m-r).

La gráfica de la figura 45 muestra el cambio de todos los ángulos de contacto, se puede observar que la semilla (línea gris) tuvo cierta tendencia ascendente en las muestras por spin-coating, pasa lo mismo en los valores después de los 40 días (línea azul) de estas muestras, pero las mediciones de los nanocables el primer día están considerablemente dispersos.

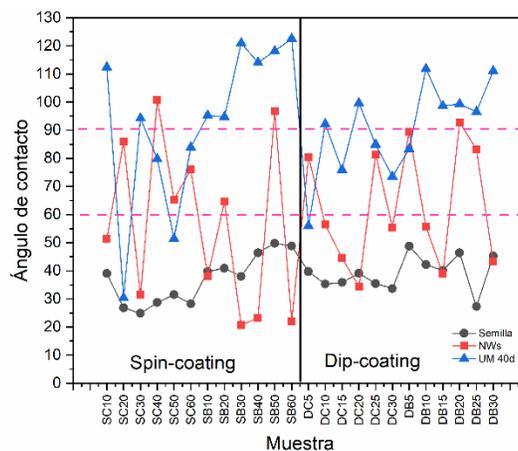


Figura 45. Gráfica de los cambios de los ángulos de contacto de por spin-coating y dip-coating con la solución cristalina y blanca.

En la misma figura 45 se visualizan los cambios de las muestras por dip-coating, los valores de las semillas de la solución cristalina no muestran dispersión entre ellos comparado con los valores de las semillas de la solución blanca que tiene uno de sus

valores fuera de su rango. De modo similar con las muestras por spin-coating la medición de los nanocables el día de su síntesis están dispersas; los valores de la última medición por el contrario se encuentran cercanos entre ellos. La reversibilidad en las superficies puede deberse a la manera de reacción de los grupos OH^- presentes en la superficie con el ambiente al que es expuesta la superficie recubierta.

Caracterización por microscopia electrónica de barrido y EDS

Se caracterizaron las muestras por microscopia electrónica de barrido sin embargo por la naturaleza del sustrato el enfoque de las estructuras se complicó, por lo que no se tienen resultados de cada una de las muestras. De la misma manera el análisis elemental se les realizó a semillas y nanocables no obstante los resultados que se exhiben en el presente no son de cada muestra.

La figura 46 expone el análisis elemental de la semilla sobre el vidrio, se puede observar el pico de Si perteneciente al sustrato y los picos de zinc y oxígeno correspondientes a las nanoestructuras sintetizadas para el uso como semilla.

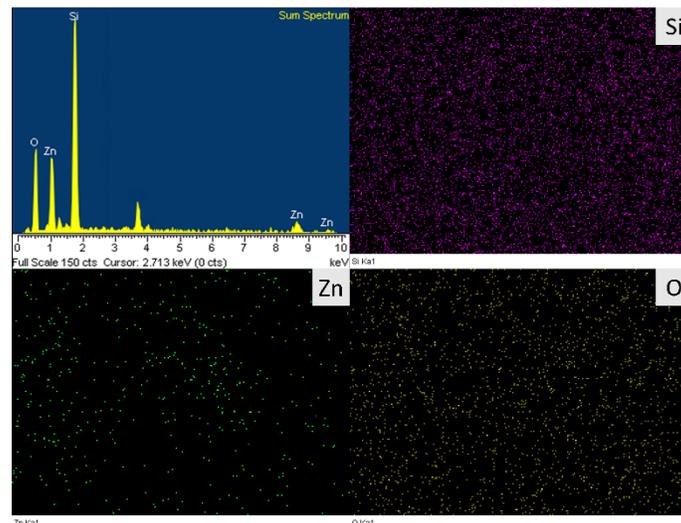


Figura 46. EDS de la semilla sobre el sustrato de vidrio.

La caracterización de los nanocables de óxido de zinc como ya se mencionó fue difícil a pesar de ello lo importante fue realizar sobre la superficie el análisis elemental y como lo muestra la figura 47 después de crecer nanocables sobre la superficie siguen presentes los picos de zinc y oxígeno, por ello con el mismo software se hizo una

cuantificación superficial porcentual de ambos elementos obteniendo un 28.48% de oxígeno y un 71.52% para el zinc.

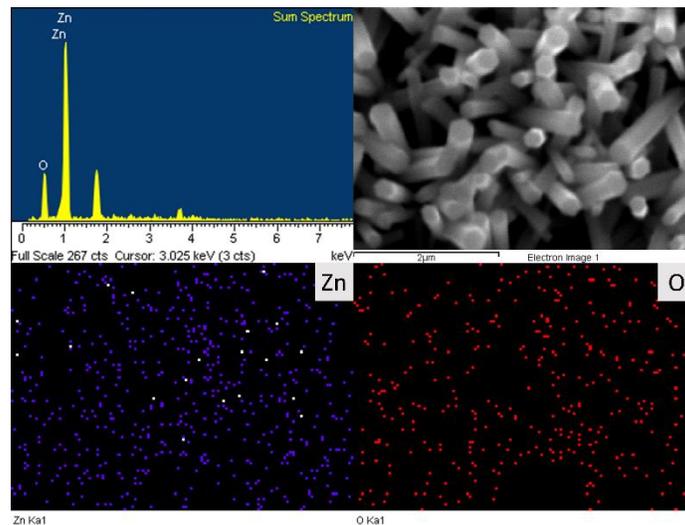


Figura 47. EDS de los nanocables de óxido de zinc.

Por la complejidad de obtener buenas imágenes al inicio de la experimentación se decidió ingresar las muestras que obtuvieron el mayor ángulo de contacto. De estas muestras pudieron obtenerse las imágenes de la figura 48, en ellas se pueden observar estructuras largas y desordenadas, así mismo es posible visualizar pequeños hexágonos.

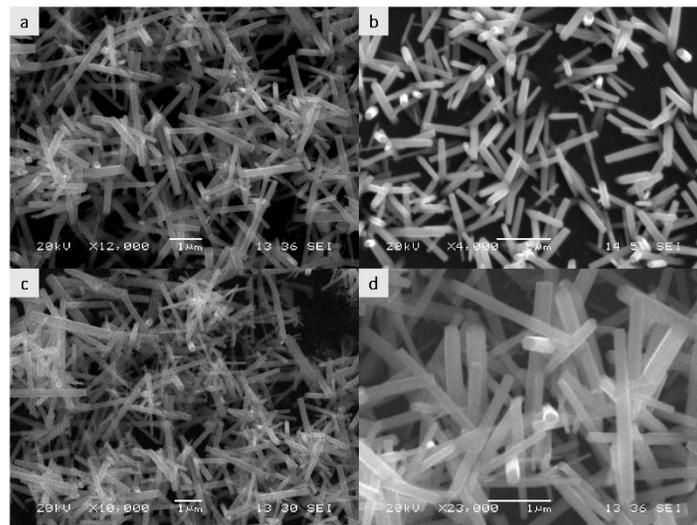


Figura 48. Imágenes de los nanocables de óxido de zinc sobre la superficie de un vidrio.

Las estructuras hexagonales corresponden a la estructura cristalina wurtzita del óxido de zinc y como se puede ver en la figura 49 sobre las superficies existen estas

estructuras. El equipo permite realizar 10 mediciones sobre la imagen obtenida, como lo muestra la imagen; se midió de vértice a vértice en 10 hexágonos y se obtuvo un promedio de las mediciones dando como resultado 336 nm.

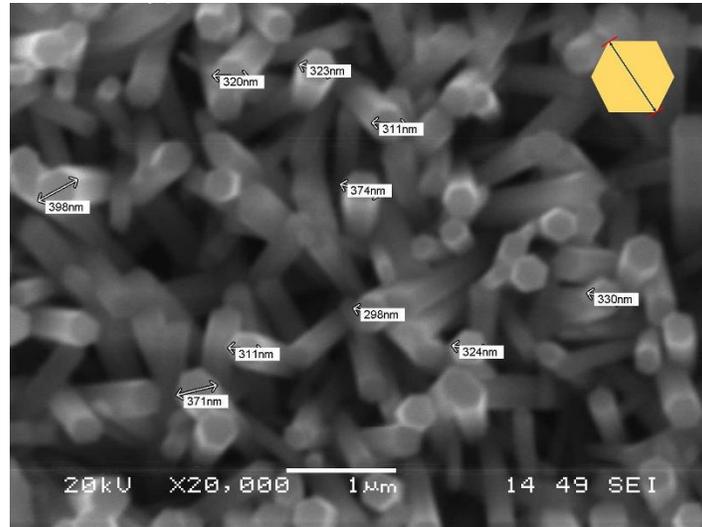


Figura 49. Fotografía de la forma hexagonal de los nanocables de óxido de zinc; mediciones realizadas con el mismo equipo.

El promedio de la figura anterior no es representativo para las superficies por lo que se tomaron fotos de diferentes zonas y se realizaron aproximadamente 100 mediciones de cada una de las zonas promediando cada una y se calculó el promedio general.

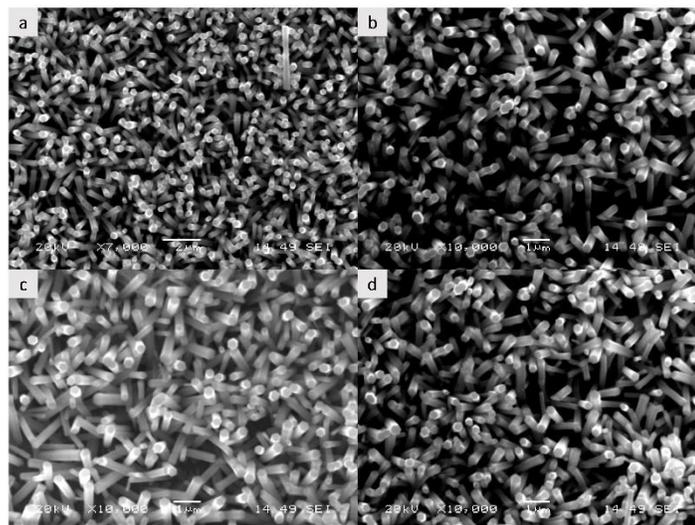


Figura 50. Nanocables de óxido de zinc.

Los promedios de las imágenes de la figura 50 se presentan en la tabla 6, se realizaron 466 mediciones totales con el software de AutoCAD (apéndice, ilustración 5).

Al igual que en las mediciones realizadas en el equipo, se tomó de vértice a vértice. La tabla 6 describe el promedio de cada una de las zonas de la muestra, como se puede observar los nanocables se encuentran en un rango de 280 a 360 nm.

Tabla 6. Promedios de la medición de nanocables de óxido de zinc

Imagen	Promedio (nm)	Mediciones
a	359.6	100
b	286.4	100
c	297.6	157
d	281.4	109
Total	291.6	466

Los datos obtenidos de las mediciones del ancho de los nanocables se procesaron para obtener el histograma de la figura 51, en él se puede observar cómo es que la mayoría caen en el rango de 275 a 330 coincidiendo con el promedio general obtenido.

Espesores de nanocables de óxido de zinc

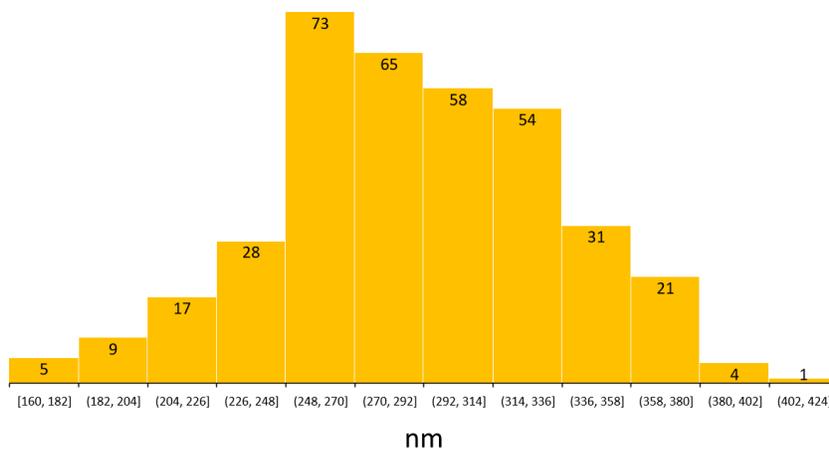


Figura 51. Histograma de la distribución de los espesores de los nanocables de óxido de zinc.

De igual manera se realizaron 50 mediciones de la longitud de los nanocables de óxido con el software Digimizer como lo muestra la figura 52. Se puede observar cómo

es el crecimiento de los nanocables de óxido de zinc, comienza desde el suelo superficial (semilla) creciendo de manera vertical con cierta inclinación.

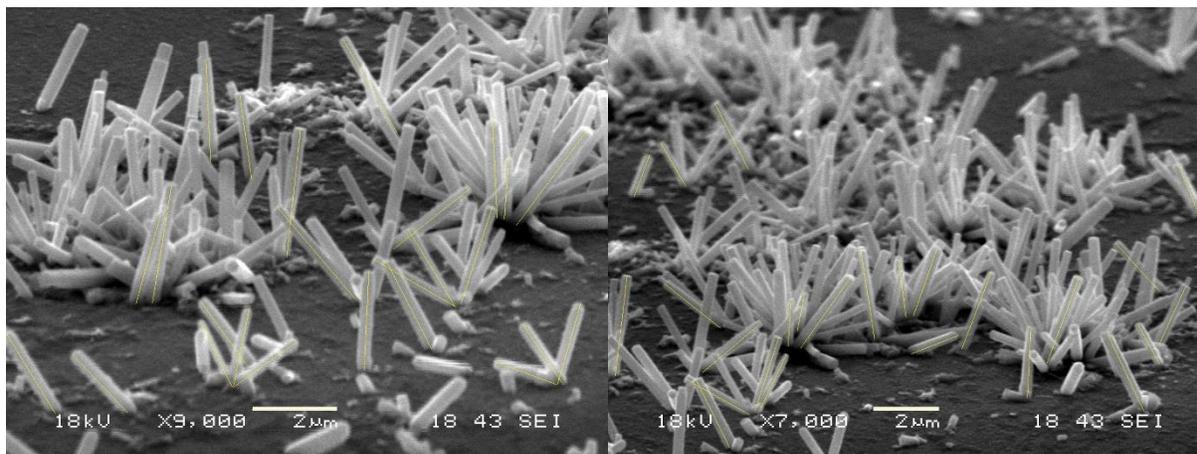


Figura 52. Mediciones de las longitudes de los nanocables de óxido de zinc.

Se calculó un promedio de longitudes de 2.2184 μm que cae dentro del rango mayor presentado en el histograma de la figura 53.

Longitudes de nanocables de óxido de zinc

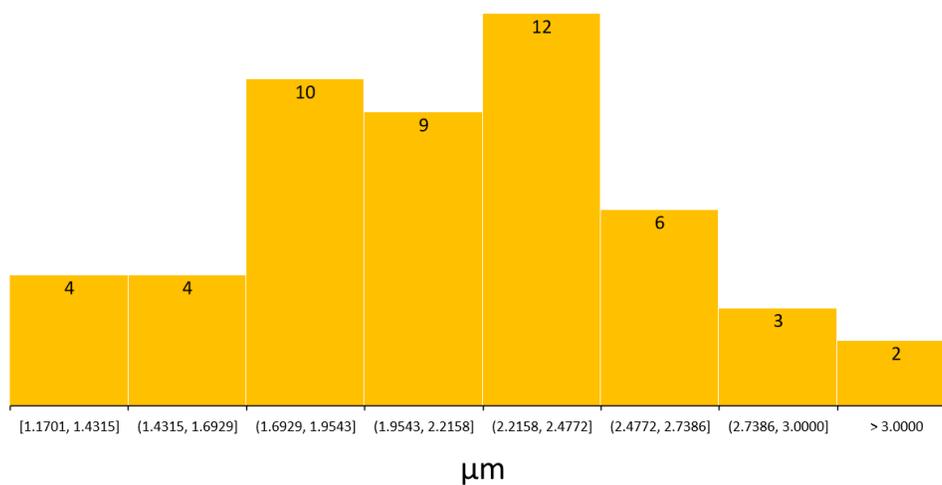


Figura 53. Histograma de la distribución de las longitudes de los nanocables de óxido de zinc.

En diversas zonas de la superficie se encontraron agrupaciones de los nanocables de óxido de zinc como lo muestra la figura 54, estos conjuntos pueden ser alargados como en la figura 54a o en racimos como la figura 54b. Por la dirección y distribución de los hexágonos de la figura 54c se puede considerar que cada uno de ellos creció de la misma semilla o de alguna nucleación.

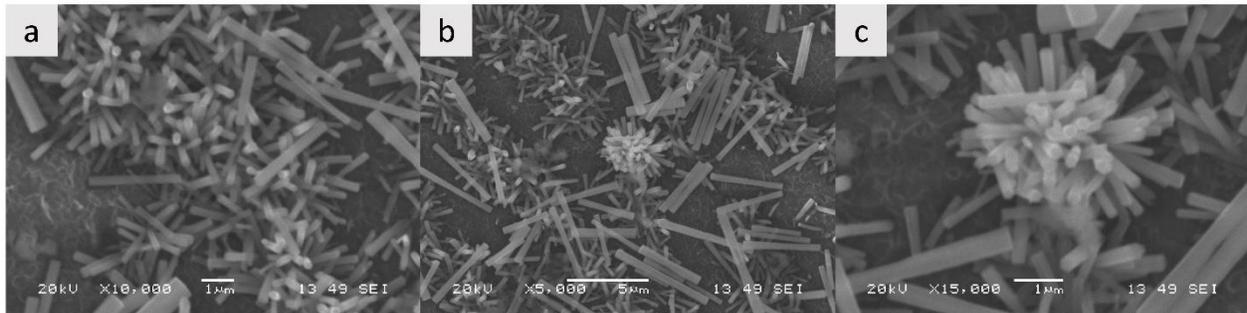


Figura 54. Agrupaciones de nanocables de óxido de zinc.

La figura 55 muestra el análisis de difracción por rayos X del sustrato recubierto con nanocables de óxido de zinc, se visualizan los picos característicos de la estructura *wurtzita* perteneciente al óxido de zinc.

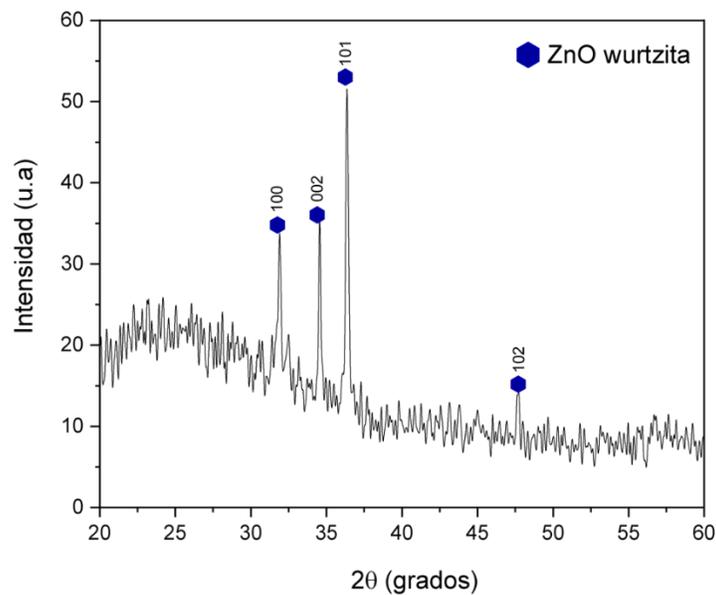


Figura. 55 Análisis de difracción de rayos X del sustrato recubierto.

CAPÍTULO 8. CONCLUSIONES

La obtención de semillas de óxido de zinc por vía química como primer paso en la obtención de estructuras 1D mostró que a mayor potencial ζ la dispersión entre partículas aumenta y con ella el tamaño de las mismas, así mismo del método de deposición dependerá la homogeneidad de la semilla sobre la superficie.

El proceso de crecimiento de nanocables de óxido de zinc a través del método hidrotermal a baja temperatura favoreció la formación de estructuras hexagonales a escalas nanométricas con longitudes promedio de entre 2.2-2.4 μm y espesores promedio en el rango de 248-270 nm.

La humectabilidad de las superficies no se pudo llevar en su mayoría hasta la hidrofobicidad o superhidrofobicidad, no obstante, se lograron ángulos entre los 90° y los 123° .

CAPÍTULO 9. REFERENCIAS

- [1] T. W. Tadeusz Burakowski, *Surface Engineering of Metals*, C. Press, Ed., Materials Science & Technology, 2020, p. 608.
- [2] E. J. HELLER, «Small wonders,» *Nature*, vol. 467, pp. 18-21, 2010.
- [3] F. Wickson, «Narratives of nature and nanotechnology,» *Nature Nanotech*, vol. 3, pp. 313-315, 2008.
- [4] C.-Y. L. & L.-W. S. Zhong-Jie Jiang, «Catalytic Properties of silver nanoparticles supported on silica spheres,» *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 109, nº 5, pp. 1730-1735, 2005.
- [5] Conantec, «Conantec,» Conantec, 8 Marzo 2018. [En línea]. Available: <https://www.co-nantec.com/post/recubrimiento-hidro%C3%B3fobo-y-sus-usos>. [Último acceso: 03 Enero 2022].
- [6] M. A. Henderson, «The interaction of water with solid surfaces: fundamental aspects revisited,» *Surface Science Reports*, vol. 46, nº 1-8, pp. 1-308, 2002.
- [7] R. N. Wenzel, «RESISTANCE OF SOLID SURFACES TO WETTING BY WATER,» *Industrial & Engineering Chemistry*, vol. 8, nº 28, pp. 988-994, 1936.
- [8] H. Q. X. G. a. S. Z. Yibin Wei, «Specially Wettable Membranes for Oil–Water Separation,» *Advanced Materials Interfaces*, vol. 5, nº 1800576, pp. 1-27, 2018.
- [9] K.-Y. Law, «Definitions for Hydrophilicity, Hydrophobicity, and Superhydrophobicity: Getting the Basics Right,» *The Journal of physical chemistry*, vol. 5, nº 4, pp. 686-688, 2014.
- [10] H. Z. a. K.-Y. L. Benedict Samuel, «Study of Wetting and Adhesion Interactions between Water and Various Polymer and Superhydrophobic Surfaces,» *The Journal of Physical Chemistry*, vol. 115, nº 30, pp. 14852-14861, 2011.

- [11] V. P. a. V. Skorokhod, «Classification of nanostructures by dimensionality and concept of surface forms engineering in nanomaterial science,» *Materials science & engineering C*, vol. 27, pp. 990-993, 2007.
- [12] Z. I. M. S. S. M. S. a. M. A. Mahmoud Nasrollahzadeh, *An Introduction to Green Nanotechnology: Types of Nanostructures*, vol. 28, Interface Science and Technology, 2019.
- [13] V. N. A. R. S. M. V. A. B. M. López Iturbe J., «Obtención y caracterización de nanopartículas de plata soportadas en fibra de algodón,» *Scielo*, vol. 26, nº 3, pp. 73-78, 2013.
- [14] Z. F. D. W. W.-Y. T. W.-A. C. J. H. & J. G. L. Pai-Chun Chang, «ZnO Nanowires Synthesized by Vapor Trapping CVD Method,» *Chemistry of Materials*, vol. 16, pp. 5133-5137, 2004.
- [15] S. X. & Z. L. Wang, «One-dimensional ZnO nanostructures: Solution growth and functional properties,» *Nano Research*, vol. 4, pp. 1013-1098, 2011.
- [16] N. U. M. Y. K. K. Hiro Amekura, «Formation processes of zinc-oxide nanoparticles by ion implantation combined with thermal oxidation,» *Journal of Crystal Growth*, vol. 1, p. 287, 2006.
- [17] A. M. W. K. v. O. E. A. J. B. Baxter, «Synthesis and characterization of ZnO nanowires and their integration into dye-sensitized solar cells,» *Nanotechnology*, vol. 11, nº 17, pp. 304-312, 2006.
- [18] M. A. & L.-J. Chen, «Anomalous adhesive superhydrophobicity on aligned ZnO nanowire arrays grown on a lotus leaf,» *Journal of Materials Chemistry*, vol. 21, pp. 18061-18066, 2011.
- [19] A. A. Rempel, «Nanotechnologies. Properties and applications of nanostructured materials,» *Russian Academy of Sciences and Turpion*, vol. 76, nº 5, pp. 435-461, 2007.
- [20] R. S. T. R. M. F. D. J. G. A. P. Batista Grau, «Formation of ZnO nanowires by anodization under hydrodynamic conditions for photoelectrochemical water splitting,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 381, p. 125197, 2020.

- [21] R. Zanella, «Metodologías para la síntesis de nanopartículas controlando forma y tamaño,» *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencia y Nanotecnología*, vol. 5, nº 1, 2014.
- [22] S. H. K. Y. B. H. Q. Ahsanulhaq, «A templateless surfactant-free seedless aqueous route to single-crystalline ZnO nanowires synthesis,» *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 4, pp. 627-631, 2009.
- [23] P. Petre, *Nanowires*, Croacia: InTech, 2010, pp. 1-428.
- [24] E. S. Nour, *Development of Zinc Oxide Piezoelectric Nanogenerators for*, Suecia: LiU-Tryc, 2016, pp. 18-21.
- [25] Z. LinWang, «Nanostructures of zinc oxide,» *Materials today*, vol. 7, nº 6, pp. 26-33, 2004.
- [26] A. J. a. S. R. Rasa Mardosaitė, «Superhydrophobic ZnO Nanowires: Wettability Mechanisms and functional applications,» *Crystal, growth & design*, vol. 21, pp. 4765-4779, 2021.
- [27] S.-M. J.-S. W.-S. C.-Z. a. I.-T. Liang-WenJi, «Effect of seed layer on the growth of well-aligned ZnO nanowires,» *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 70, pp. 1359-1362, 2009.
- [28] M. C.-G. a. Y. L.-W. Clotaire Chevalier-César, «Growth mechanism studies of ZnO nanowire arrays via hydrothermal method,» *Materials Science & Processing*, vol. 115, pp. 953-960, 2014.
- [29] V. C. R. G. M. F. V. F. R. S. B. a. G. C. Marco Laurenti, «Wettability Control on ZnO Nanowires Driven by Seed Layer Properties,» *European Journal of Inorganic Chemistry*, vol. 2013, nº 14, pp. 2520-2527, 2013.
- [30] J. H. a. W. Gao, «Surface Wettability of Nanostructured Zinc Oxide Films,» *Journal of ELECTRONIC MATERIALS*, vol. 38, nº 4, 2009.
- [31] G. K. S. C. E. K. E. K. a. N. K. D. Vernardou, «pH effect on the morphology of ZnO nanostructures grown with aqueous chemical growth,» *Thin solid films*, vol. 515, pp. 8764-8767, 2007.

- [32] E. L. Wolf, *Nanophysics and Nanotechnology: An Introduction to Modern Concepts in Nanoscience*, 2015.
- [33] R. K. Narendra Kumar, *Nanotechnology and Nanomaterials in the Treatment of Life-threatening Diseases*, Oxford, 2014, pp. 1-51.
- [34] Funcionalsurfaces, «Simple Contact Angle Measurement using a Smartphone (Easy Guide),» YouTube, 2006.
- [35] T. M. M. M. D. S. T. B. M. U. A.F. Stalder, «Low-Bond Axisymmetric Drop Shape Analysis for Surface Tension and Contact Angle Measurements of Sessile Drops,» *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 364, nº 1-3, pp. 72-81, 2010.
- [36] D. K. C. S. M. A. a. C. E. Ying Zhang, «Supported Platinum Nanoparticles by Supercritical Deposition (Textile),» *Institute of Materials Science*, vol. 44, pp. 4161-4164, 2005.

CAPÍTULO 10. APÉNDICES

Como se mencionó en el capítulo 6 de la experimentación las primeras muestras de semillas se les realizaron dos modificaciones consecutivas, en la literatura se encuentra que las nanoestructuras de óxido de zinc son capaces de cambiar entre hidrofóbico e hidrofílico ya se aumentando la temperatura o con la exposición prolongada a la luz ultra violeta.

La ilustración 1 muestra los cambios en la medición del ángulo de contacto en la semilla por spin-coating provocados por el aumento de temperatura y la exposición a la luz ultravioleta (lámpara de alta potencia con una longitud de onda de 405 nm). La primera modificación fue el aumento de la temperatura con la que se pretendía aumentar el ángulo de contacto, se logró en 4 de las 5 muestras.

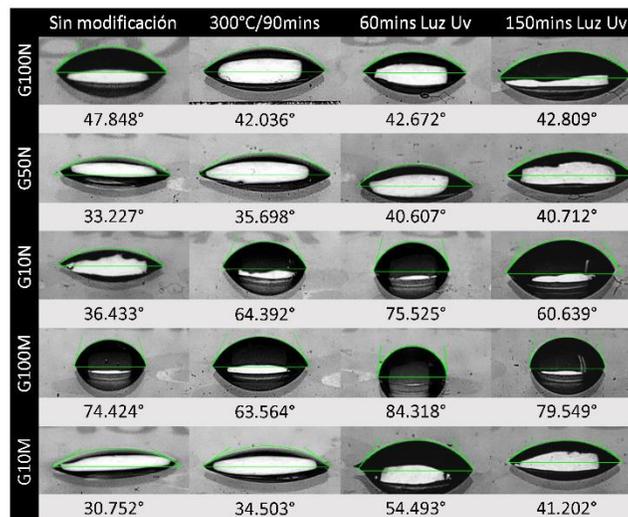


Ilustración 1. Ángulos de contacto de las semillas elaboradas con la solución 1 por spin-coating modificadas con temperatura, 300°C por 90 minutos; luz ultravioleta, 60 y 150 minutos.

Posteriormente cuando las muestras se enfriaron fueron expuestas a luz ultra violeta por 60 minutos; con este proceso se buscaba que el ángulo disminuyera sin embargo sucedió lo contrario, todos los ángulos aumentaron, aunque sea en una mínima cantidad, por ello se volvieron a exponer a la luz ultravioleta por 90 minutos más y en 3 de las 5 muestras el ángulo disminuyó por lo que a mayor exposición a luz ultravioleta el ángulo seguirá disminuyendo.

Los ángulos de contacto de las muestras elaboradas con la solución 2 por spin-coating se muestran junto a sus cambios por las modificaciones (idénticas a las de la

solución 1) a las que fueron sometidas en la ilustración 2; en ella se puede observar cómo varía el ángulo con los cambios que se realizaron.

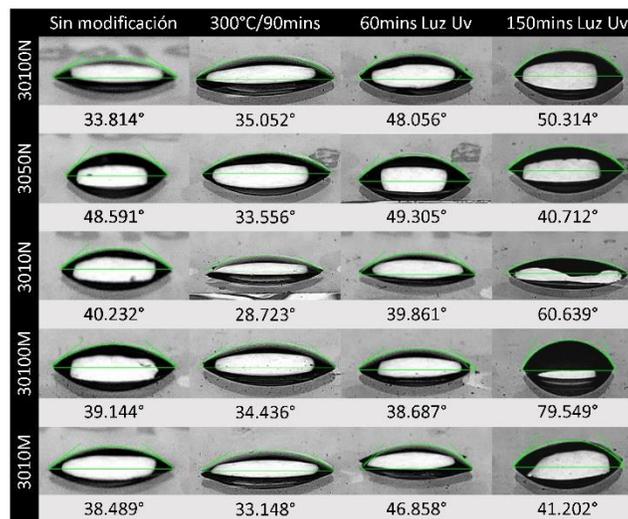


Ilustración 2. Ángulos de contacto de las semillas elaboradas con la solución 2 por spin-coating modificadas con temperatura, 300°C por 90 minutos; luz ultravioleta, 60 y 150 minutos.

La ilustración 3 muestra nuevamente el cambio de los ángulos de contacto sobre la superficie en las que se depositó por spin-coating la solución 3 como semilla para el crecimiento de los nanocables. Con la temperatura hubo un descenso en el ángulo de contacto que posteriormente cambió con la exposición a la luz ultra violeta.

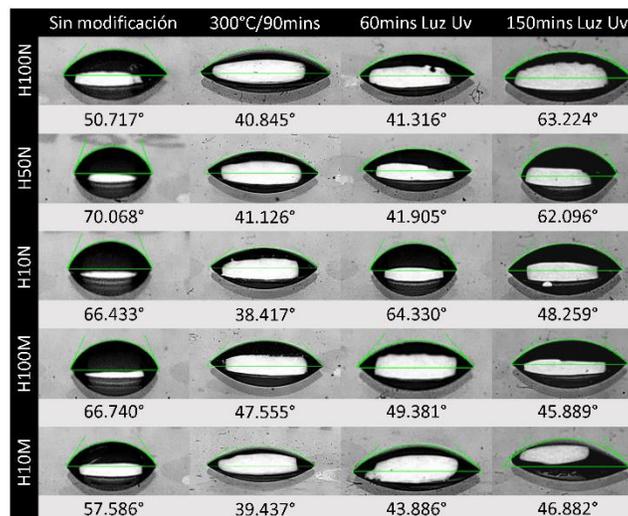


Ilustración 3. Ángulos de contacto de las semillas elaboradas con la solución 3 por spin-coating modificadas con temperatura, 300°C por 90 minutos; luz ultravioleta, 60 y 150 minutos.

El mismo procedimiento se les realizó a las semillas por dip-coating, los resultados pueden visualizarse en la ilustración 4. Los ángulos en general de estas muestras son pequeños y más alargados que las muestras anteriores, sin embargo, el efecto de aumentar y disminuir el ángulo de contacto según la modificación es bastante similar entre ambos métodos de deposición.

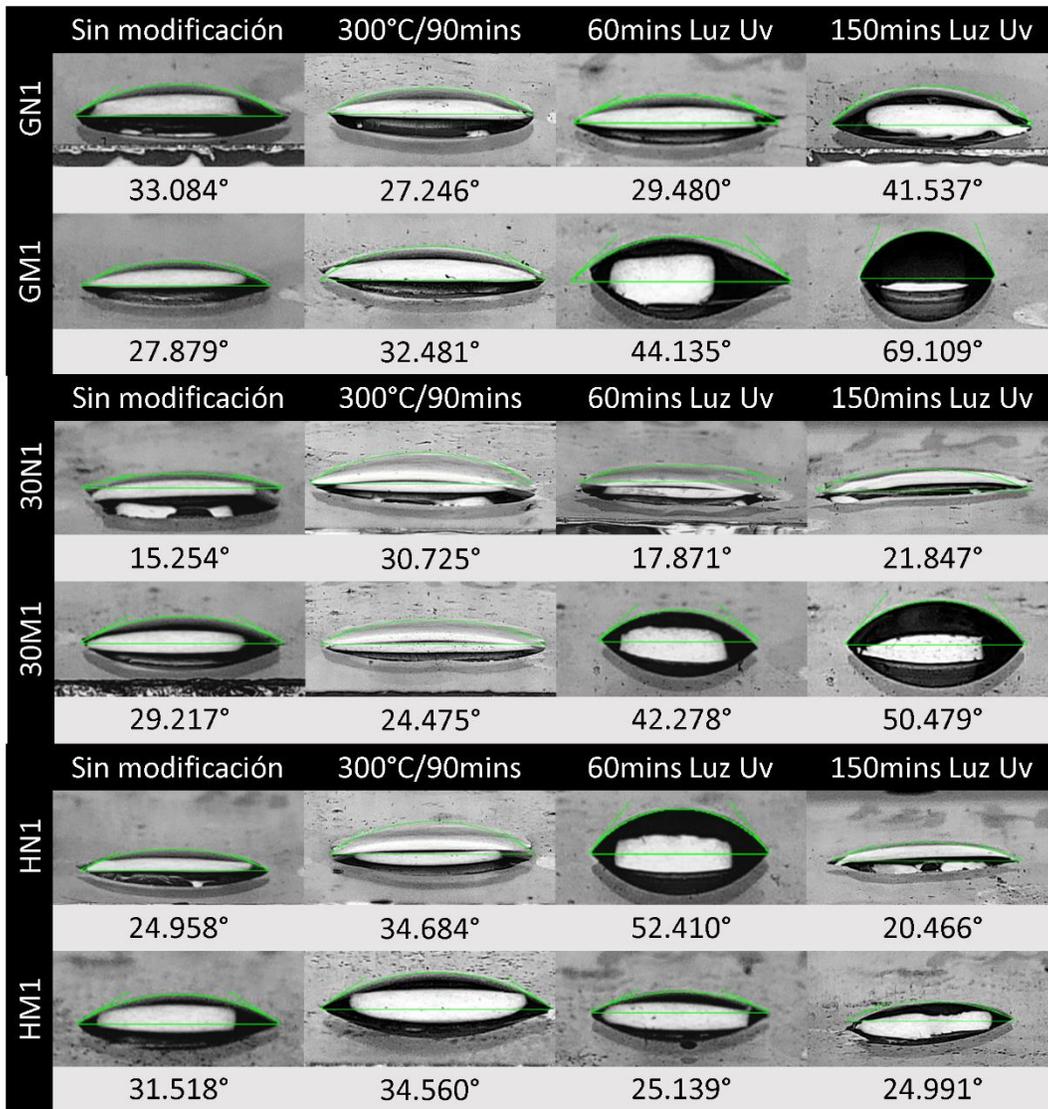


Ilustración 4. Ángulos de contacto de las semillas elaboradas por dip-coating modificadas con temperatura, 300°C por 90 minutos; luz ultravioleta, 60 y 150 minutos.

En el presente apartado también se añaden las imágenes de las 4 zonas en donde se realizaron las mediciones del ancho de los nanocables de óxido de zinc.

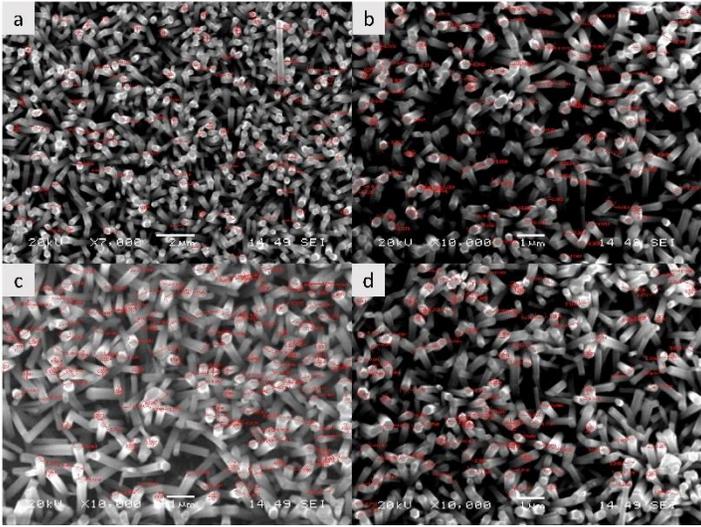


Ilustración 5. Medición del ancho de los nanocables de óxido de zinc.

PRODUCTOS GENERADOS.

A continuación, se presentan los productos generados durante la realización de este proyecto.

Primer autor

- Artículo de divulgación científica titulado “Effect of modification of zinc oxide nanostructures on contact angle”, publicado en la revista “Journal of Engineering Applications” volumen 9, número 28, ECORFAN-México, S.C. Holding Bolivia, 2022, DOI:10.35429/JEA.2022.28.9.14.18
- Participación como ponente en el XIII Coloquio Internacional de Investigación para estudiantes universitarios y el V Coloquio Internacional de Investigación Universitaria con el trabajo (video) titulado “Síntesis y caracterización de recubrimientos con nanoestructuras con propiedades hidrofóbicas”.
- Participación en el primer Congreso Internacional de Investigación y Conformación de Redes de Investigación del TecNM con el cartel titulado “Efecto de la modificación de nanoestructuras de óxido de zinc sobre ángulo de contacto.

Finalmente se presentan los productos generados en colaboración con el grupo de investigación de ingeniería de superficies.

- Proyecto financiado por el Tecnológico Nacional de México de la convocatoria 2022 proyectos de investigación científica, desarrollo tecnológico e innovación titulado “Producción de películas delgadas nanoestructuradas con actividad antibacteriana para aplicaciones biomédicas” M00-PR-03-R01 Proyecto 8t0nc5 (14127).
- Artículo de divulgación científica titulado “Thermogravimetric study of 316L steel coated by physical deposit in vapor deposition phase (PVD)”.
- Artículo de divulgación científica titulado “Effect of deposition time on the zinc nanowires growth on steel substrates”.

- Cartel en el VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología titulado “Efecto de la deposición de semilla en el crecimiento de nanocables de óxido de Zinc en sustratos de acero”.
- Cartel en el VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología titulado “Efecto de los parámetros de deposición en las películas delgadas de Ti/TiO₂ en acero 316L mediante PVD”.
- Cartel en el VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología titulado “Nanocables de óxido de zinc: crecimiento vs tiempo”.
- Cartel en el VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología titulado “Evaluación del desgaste de un recubrimiento de Ti/TiN sobre sustrato de Ti6Al4V por medio de un pin polimérico”.



Certificate of Publication – Journal



RENIECYT - LATINDEX - Research Gate - DULCINEA - CLASE - Sudoc - HISPANA - SHERPA
UNIVERSIA - E-Revistas - Google Scholar - DOI - REDIB - Mendeley - DIALNET - ROAD - ORCID

CDMX, October - 2022

HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel
CVU CONACYT ID: 1107422
MELO-MÁXIMO, Lizbeth
ORC ID: 0000-0002-7081-0661
MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana
ORC ID: 0000-0001-7488-7677
ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián
CVU CONACYT ID: 1107452

Tecnológico Nacional de México

PRESENT:

We are pleased to inform you that your article “**Effect of modification of zinc oxide nanostructures on contact angle**” with keywords “*Hydrophobicity, Zinc oxide, Nanostructures*”. Has been published on pages 14-18, in “**Journal of Engineering Applications**”, V-9 N-28, with ISSN: **2410-3454**. Journal edited by ECORFAN-Mexico, S.C. Holding Bolivia. (2022) and DOI: 10.35429/JEA.2022.28.9.14.18.

This article is classified in:

Area: Engineering
Field: Technological sciences
Discipline: Material technology
Subdiscipline: Properties of materials

This research is published in:

https://www.ecorfan.org/bolivia/researchjournals/Aplicaciones_de_la_Ingenieria/vol9num28/Journal_of_Engineering_Applications_V9_N28_2.pdf

The Journal is Arbitrated by peer review is Indexed and deposited in Databases:

LATINDEX (Scientific Journals of Latin America, Spain and Portugal)
RESEARCH GATE (Germany)
GOOGLE SCHOLAR (Citation indexes-Google)
REDIB (Iberoamerican Network of Innovation and Scientific Knowledge- CSIC)
MENDELEY (Bibliographic Reference Manager)

We issue this certificate for the purposes of science, technology and innovation.

Regards.

PERALTA-CASTRO, Enrique. MsC.
CIO-ECORFAN-México, S.C.
CONACYT-RENIECYT: 1702902

ECORFAN-México, S.C.
143 – 50 Itzopan Street
La Florida, Ecatepec Municipality
Mexico State, 55120 Zipcode
Phone: +52 1 55 6159 2296
Skype: ecorfan-mexico.s.c.
E-mail: contacto@ecorfan.org
Facebook: ECORFAN-México S. C.
Twitter: @EcorfanC

www.ecorfan.org

Holdings

Mexico	Colombia	Guatemala
Bolivia	Cameroon	Democratic
Spain	El Salvador	Republic
Ecuador	Taiwan	of Congo
Peru	Nicaragua	Paraguay

Effect of modification of zinc oxide nanostructures on contact angle**Efecto de la modificación de nanoestructuras de óxido de zinc sobre ángulo de contacto**

HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel†*, MELO-MÁXIMO, Lizbeth, MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana and ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián

*Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Tlalnepantla, Mexico.
Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México, Mexico.*

ID 1st Author: Celia Massiel, Hernández-Hernández / CVU CONACYT ID: 1107422

ID 1st Co-author: Lizbeth, Melo-Máximo / ORC ID: 0000-0002-7081-0661, CVU CONACYT ID: 299373

ID 2nd Co-author: Dulce Viridiana, Melo-Máximo / ORC ID: 0000-0001-7488-7677, CVU CONACYT ID: 170068

ID 3rd Co-author: Fortino Fabián, Estrada-Martinez / CVU CONACYT ID: 1107452

DOI: 10.35429/JEA.2022.28.9.14.18

Received: July 15, 2022; Accepted: December 30, 2022

Abstract

The hydrophobic coatings are one of the most used processes to prevent the deterioration of materials and increase its lifetime, since they have non-stick, low friction, anti-wetting, high and low temperature resistance, chemical and dielectric properties, etc. This work presents the chemical production of zinc oxide (ZnO) nanostructures that were deposited on glass substrates by two methods: spin-coating and dip-coating. The doped substrates were modified by temperature and exposure to ultraviolet light (UV). The contact angle of the surface was measured after making some modification, revealing an initial change compared to the uncoated substrate. Later, the angles were varied, comparing between the two deposition methods. The higher contact angle was presented by spin-coating sample, after rising its temperature and a first exposure to UV light; an increase of 30% was observed in comparison to the uncoated substrate; In contrast, the smallest angle was obtained in dip-coating sample after raising its temperature, reducing around 55% of its size compared to the uncoated substrate.

Resumen

El uso de recubrimientos hidrofóbicos es uno de los procesos más empleados para evitar el deterioro de los materiales y prolongar su vida útil ya que poseen propiedades anti-adherentes, baja fricción, anti-humectantes, resistentes a altas y bajas temperaturas, resistencia química y dieléctrica, entre otras. El presente trabajo se basa en la producción química de nanoestructuras de óxido de zinc (ZnO) que se depositaron sobre sustratos de vidrio por dos métodos diferentes: spin-coating y dip-coating. Los sustratos dopados fueron modificados mediante temperatura y exposición a luz ultravioleta. Se caracterizó midiendo el ángulo de contacto de la superficie después de realizarle alguna modificación, lo anterior mostró un cambio inicial comparado con el sustrato sin recubrir, posteriormente los ángulos fueron variando obteniendo una comparativa entre los dos métodos de deposición. El mayor ángulo de contacto lo presentó la muestra realizada por spin-coating después de elevar su temperatura y una primera exposición a luz ultravioleta, aumentó un 30% contra el ángulo medido en el sustrato sin recubrir; de manera contraria el ángulo más pequeño se obtuvo en el sustrato por dip-coating después de elevar su temperatura, este redujo aproximadamente un 55% de su tamaño con respecto al sustrato sin recubrimiento.

Hydrophobicity, Zinc oxide, Nanostructures**Hidrofobicidad, óxido de zinc, nanoestructuras**

Citation: HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel, MELO-MÁXIMO, Lizbeth, MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana and ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián. Effect of modification of zinc oxide nanostructures on contact angle. Journal of Engineering Applications. 2022. 9-28:14-18.

* Correspondence of the Author (E-mail: lizbeth.mm@tlalnepantla.tecnm.mx)

† Researcher contributing as first author.

Introduction

The support provided by nanotechnology for the design and development of new materials, modifying their properties based on shape, size and functionalization, has opened new horizons in new material properties [1, 2].

Hydrophobicity and Hydrophilicity

The Greek roots define hydro as water, philia as affinity, and phobia as lack of affinity, thus forming hydrophobicity (water repellency) and hydrophilicity (water affinity). A surface is considered hydrophobic when the angle formed between the surface and a fluid exceeds 90° , below 90° the surface is hydrophilic [3].

ZnO nanostructures

Zinc oxide is an attractive compound for various applications in nanotechnology due to its unique qualities and physical and chemical properties. The procedure to grow nanostructures is simple and inexpensive, therefore, there are multiple synthesis methods such as chemical vapor deposition, chemical synthesis, physical vapor deposition, green chemistry, among others [4, 5]. Zinc oxide shows a particularity, since the inclination it forms with the surface of liquids is nanostructured, it shows physicochemical properties such as hydrophobicity or hydrophilicity [6].

As zinc oxide nanostructures grow, they modify its behavior by increasing or decreasing their surface area. Exposure of these compounds to ultraviolet light and temperature can modify their wettability, causing a change of state [7].

These small structures can be used for the growth of various nanostructures with similar properties, but different dimensions. For example, nanowires belong to the 1D classification because one of their dimensions is in the nanometric order, although it extends to micrometers [8].

Methodology

The synthesis of the nanostructures was chemically conducted with zinc acetate and sodium chloride, both diluted in methanol. This solution was kept under stirring for two hours at a controlled temperature of 60°C .

Once the substrates were clean, $10\ \mu\text{L}$ of the solution were deposited by spin coating at 10,000 rpm; additionally, dip coating was performed with a single immersion in the solution. Later, both were left drying at room temperature.



Figure 1 Spin and dip coating process

Both samples were modified increasing temperature and irradiating them with ultraviolet light, to change the contact angle after each process.



Figure 2 Procedure to modify the behavior of nanostructures

The samples were placed in a furnace at 300°C for 90 minutes; once the sample cooled, its contact angle was measured. Next, samples were subjected to ultraviolet light for 60 minutes, again measuring the contact angle; finally, further irradiation for 90 minutes were conducted, measuring the contact angle.

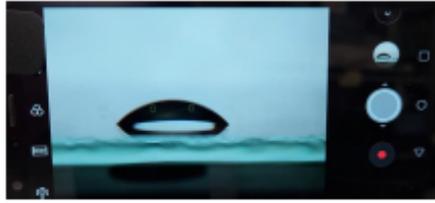


Figure 3 Drop of water photograph for contact angle measurement

When all contact angles were acquired, measurement in ImageJ software was conducted. Similarly, the angle was measured in clean substrate without doping.

Results

The contact angles changed significantly with the deposition of nanostructures. Figure 4 shows the measurement of a drop on the surface of uncoated substrate, observing an angle of 63.064°.

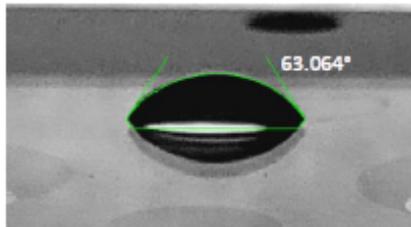


Figure 4 Unmodified substrate contact angle

The samples made by spin coating presented large angles, however, a decrease in the angle occurred as the irradiation time with ultraviolet light increased.

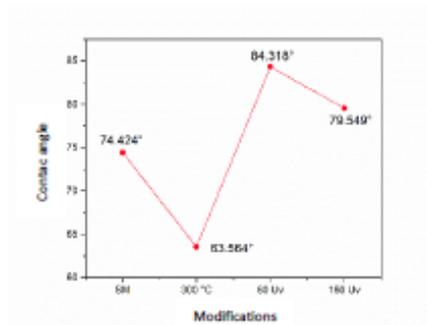


Figure 5 Contact angles behavior of spin-coating samples

As can be seen in Figure 6, the shape of the droplet on the surface changed with the modifications, Figure 6b shows a more elongated droplet with the lowest contact angle; on the other hand, the highest angle is presented in figure 6c where a drop with the shape of a half sphere is observed.

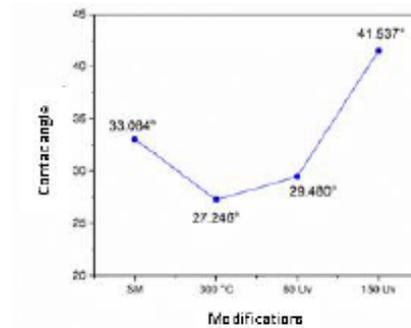


Figure 6 Measurement of the contact angles of the samples by spin coating. a) sample with zinc oxide nanostructures, b) sample after 90 min at 300 °C, c) sample after 60 min exposed to ultraviolet light, d) sample after 150 min exposed to ultraviolet light

The samples that were coated by dip coating showed an immediate decrease in the contact angle in comparison to uncoated substrate, however, with the modification processes, the angle increase, as shown in figure 5.

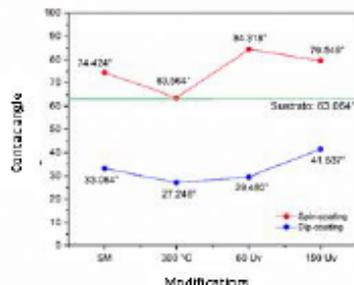


Figure 7 Contact angles behavior of dip-coating samples

The shape of the droplets on the surface changes significantly after the modifications. Figure 8 shows elongated drops with little height, giving measurements below 45°. Fig. 7d shows the greatest height, therefore, the highest angle in these 4 measurements.

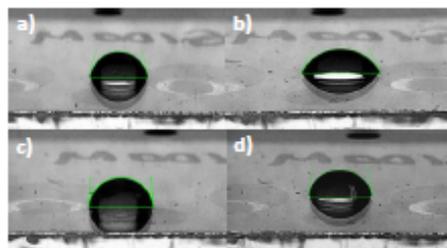


Figure 8 Measurement of the contact angles of the samples by dip coating. a) sample with zinc oxide nanostructures, b) sample after 90 min at 300 °C, c) sample after 60 min exposed to ultraviolet light, d) sample after 150 min exposed to ultraviolet light

The change in the value of the contact angles is visible by the shape of the drops, figure 9 shows the contact angles behavior compared to uncoated substrate.

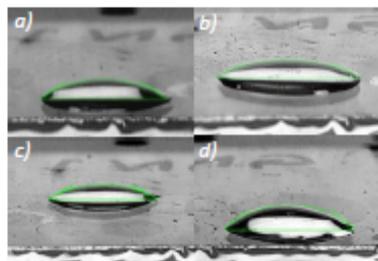


Figure 9 Change in contact angles against uncoated substrate

ISSN: 2410-3454
ECORFAN® All rights reserved.

The green reference line corresponds to the measurement of the angle obtained on the clean substrate. The variation of the measurements is significant, the dip-coating sample presents low values, far from the reference line; whereas the spin-coating sample presents values above reference, but not reaching the required 90° to be considered as hydrophobic.

Acknowledgments

Authors acknowledge Tecnológico Nacional de México for opening the call, to Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey Campus Estado de México for the access to the Surface Engineering laboratory. To the scientific research, technological development and innovation projects M00-PR-03-R01 Project 8t0nc5 (14127)-Production of nanostructured thin films with antibacterial activity for biomedical applications, as well as to CONACYT for the national scholarship awarded.

Financing

CONACYT National Scholarship Program number 788152.

Conclusions

The results revealed a superficial change in the samples explained by the procedure followed to deposit the nanostructures and the modifications conducted in each sample. The water drop behavior on the clean and doped substrate changes instantly. The increase and decrease in the contact angle are attributed to the treatment applied to the nanostructures. Changing the properties through variations in temperature or irradiation can generate several applications. In addition, comparing two methods for the deposition of solutions gives the opportunity to continue with the investigation and be able to obtain larger angles.

HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel, MELO-MAXIMO, Lisbeth, MELO-MAXIMO, Dulce Viridiana and ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián. Effect of modification of zinc oxide nanostructures on contact angle. Journal of Engineering Applications. 2022

References

- [1] Wolf, E. L. (2006). An Introduction to Modern Concepts in Nanoscience. En *Nanophysics and Nanotechnology*. Wiley Online Library. ISBN 9783527618972. doi:10.1002/9783527618972. https://books.google.com.mx/books?id=Br8IugEACAAJ&dq=An+Introduction+to+Modern+Concepts+in+Nanoscience&hl=es&sa=X&redir_esc=y
- [2] Rodríguez Batista, R. (2022). Desarrollo de recubrimientos anticorrosivos con materiales nano estructurados de GO y Fe₃O₄ obtenidos por vía sustentable y química verde [Tesis de Maestría en Ciencias de la Ingeniería con orientación en materiales]. Universidad Autónoma de Nuevo León. Recursos digitales abiertos UANL. <http://eprints.uanl.mx/23165/1/1080522280.pdf>
- [3] Law, Kock-Yee. (2014). Definitions for Hydrophilicity, Hydrophobicity, and Superhydrophobicity: Getting the Basics Right. *J. Phys. Chem. Lett.*, 5(4), 686-688. doi:10.1021/jz402762h. <https://doi.org/10.1021/jz402762h>
- [4] Tigli, Jorge L. Gomez • Onur. (2012). Zinc oxide nanostructures: from growth to application. *Journal of materials*, 48, 612-624. doi:10.1007/s10853-012-6938-5. <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6938-5>
- [5] Vilchis Nestor, A. R., & López Iturbe, J., & Avalos Borja, M., & Sánchez Mendieta, V. (2013). Obtención y caracterización de nanopartículas de plata soportadas en fibra de algodón. *Superficies y vacío*, 26(3),73-78. ISSN: 1665-3521. <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=94229715001>
- [6] Zanella, R. (2014). Metodologías para la síntesis de nanopartículas controlando forma y tamaño. *Mundo Nano*, 5. doi:10.22201/ceiich.24485691e.2012.1.45167. <https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2012.1.45167>
- [7] V. Khranovskyy, T. Ekblad, R. Yakimova, L. Hultman. (2012). Surface morphology effects on the light-controlled wettability of ZnO nanostructures. *Applied Surface Science*, 258, 8146-8152. doi:10.1016/j.apsusc.2012.05.011. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.05.011>
- [8] Pai-Chun Chang, Zhiyong Fan, Dawei Wang, Wei-Yu Tseng, Wen-An Chiou, Juan Hong, and Jia G. Lu. (2004). ZnO Nanowires Synthesized by Vapor Trapping CVD Method. *Chemistry of materials*, 16(24), 5133-5137. doi:10.1021/cm049182c. <https://doi.org/10.1021/cm049182c>



UNIVERSIDAD DE GUADALAJARA

Centro Universitario del Sur

Secretaría Académica

Instituto de Investigaciones en Comportamiento Alimentario y Nutrición

Instituto de Investigación de la Red Universitaria

Estimada: **Celia Massiel Hernández Hernández**

PRESENTE

Por medio del presente el Comité Científico del XIII Coloquio Internacional de Investigación para Estudiantes Universitarios y el V Coloquio Internacional de Investigación Universitaria se complace en informarle que ha revisado su trabajo **Síntesis y caracterización de recubrimientos con nanoestructuras con propiedades hidrofóbicas** con folio **PPT002** el cual ha sido dictaminado como “ACEPTADO” para presentarse en modalidad VIDEO el jueves 25 de noviembre a través de Google Meet. Posteriormente se le enviará el enlace para la sesión con su juez evaluador, a la que deberá conectarse para la sesión de preguntas y respuestas.

Se sugiere tomar cuenta las siguientes recomendaciones para la elaboración del video:

Características de contenido (máximo 5 minutos)

Para las propuestas de investigación se requiere:

A. Portada: Colocar el título de la investigación, el nombre completo de cada uno de los autores, así como los datos y/o emblemas de la institución a la que están adscritos (No incluir el logo del IICAN a menos de ser alumno activo de esta institución).

B. Introducción

C. Objetivo

D. Método

E. Resultados esperados y/o comentarios

F. Referencias

Para los trabajos terminados se requiere:

Todos los elementos anteriores excepto el inciso E. Resultados esperados y/o comentarios.

En su lugar, se deberán incluir los siguientes:

G. Resultados

H. Discusión/conclusión

Por correo enviaremos las bases para el envío del video con la presentación del trabajo de investigación, mismo que deberá ser subido a más tardar el 20 de noviembre al canal de YouTube del evento.

Sin otro particular, nos despedimos de usted agradeciendo su atención y quedando a sus distinguidas órdenes para cualquier duda o aclaración.

Ciudad Guzmán, Jalisco a 04 de noviembre del 2021

A T E N T A M E N T E

Comité organizador

XIII Coloquio Internacional de Investigación para estudiantes Universitarios (CIIEU)

V Coloquio Internacional de Investigación Universitaria (CIIU)

Av. Enrique Arreola Silva 883, Centro, C.P. 49000

Cd. Guzmán, Jalisco, México, Edificio X-3 (01 341) 575.22.22, ext. 46127, 46142, 46102

www.cusur.udg.mx/es/lican



Universidad de Guadalajara
Centro Universitario del Sur
Secretaría Académica
Instituto de Investigaciones en Comportamiento
Alimentario y Nutrición
Instituto de Investigación de la Red Universitaria
Otorga la presente



CONSTANCIA

a:

Celia Massiel Hernández Hernández

Por su participación como **PONENTE** con el proyecto titulado:

Síntesis y caracterización de recubrimientos con nanoestructuras con propiedades hidrofóbicas

en el:

**XIII COLOQUIO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN PARA ESTUDIANTES UNIVERSITARIOS
Y EL V COLOQUIO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN UNIVERSITARIA**

Atentamente

“Piensa y Trabaja”

Ciudad Guzmán, Municipio de Zapotlán el Grande, Jalisco a 06 de diciembre de 2021.

Dra. Elia Herminia Valdés Miramontes

Secretaria del Instituto de Investigaciones en Comportamiento
Alimentario y Nutrición

Dr. Andrés Valdez Zepeda

Secretario Académico

Dra. Zyanya Reyes Castillo

Directora del Instituto de Investigaciones en
Comportamiento Alimentario y Nutrición



CIUDAD DE MÉXICO, A 16 DE SEPTIEMBRE 2022.

EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO

OTORGA LA PRESENTE

CARTA DE ACEPTACIÓN

A

Autor de correspondencia: Celia Massiel Hernández Hernández

Por este conducto le notificamos que su trabajo "EFECTO DE LA MODIFICACIÓN DE NANOESTRUCTURAS DE ÓXIDO DE ZINC SOBRE ÁNGULO DE CONTACTO" ha sido aceptado por el comité organizador para participar en formato CARTEL en la ciudad de Durango México, durante el congreso INNOVATECNM 2022 los días 24 y 25 de octubre.

Por lo anterior, le solicitamos realicen el depósito de inscripción de \$1,500 pesos con los siguientes datos:
Nombre del Banco: Banorte; **Cuenta:** 1183601392; **Cuenta Clabe:** 072 190 01183601392 3
A nombre de: TecNM Instituto Tecnológico de Durango; **RFC:** TNM140723GFA

La fecha límite para mandar su comprobante de pago y asegurar su participación, es el **30 de septiembre**. **Enviar comprobante** de pago al correo depfinancieros@itdurango.edu.mx; **con atención** a: CP. Alberto Ayala Partida; **Asunto:** Pago del Congreso INNOVATECNM

Para solicitar FACTURACIÓN: Proporcionar los datos de facturación y el correo al que se enviará la factura al correo antes mencionado.

Le recordamos que el depósito es por el cartel "Hernandez_Hernandez_C.M_ITTLA_Otra.ppt" y no por el número de participantes, además, de que la presentación de cartel será en línea y el reconocimiento para los autores será entregado al autor de correspondencia, una vez finalizada la participación del autor

Dr. HÉCTOR JAVIER VERGARA HÉRNANDEZ

COORDINADOR GENERAL DEL COMITÉ ORGANIZADOR DEL CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN Y CONFORMACIÓN DE REDES DE INVESTIGACIÓN INNOVATEC 2022.

EFFECTO DE LA MODIFICACIÓN DE NANOESTRUCTURAS DE ÓXIDO DE ZINC SOBRE ÁNGULO DE CONTACTO

Celia Massiel Hernández Hernández, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tlahuepanitla 1*, Lizbeth Melo Máximo, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tlahuepanitla 1*, Dulce Viridiana Melo Máximo, Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México 2*

1: TecNM-Instituto Tecnológico de Tlahuepanitla, División de Estudios de Posgrado e Investigación, Av. Instituto Tecnológico s/n, La comunidad, 54070, Tlahuepanitla de Baz, México.

2: Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México, Av. Lago de Guadalupe KM 3.5, Margarita Maza de Juárez, 52926 Cd López Mateos, Méx.

massiel161296@gmail.com *

I. INTRODUCCIÓN

El soporte brindado por la nanotecnología para el diseño y desarrollo de nuevos materiales modificando sus propiedades basado en su forma, tamaño y funcionalización ha abierto nuevos horizontes en nuevas propiedades de los materiales [1]. El óxido de zinc muestra cierta singularidad al encontrarse nanoestructurado en la inclinación que forma con la superficie de los líquidos muestra propiedades químico-físicas como hidrofobicidad o hidrofiliabilidad [2].

II. DESAROLLO

La síntesis de las nanoestructuras se realizó químicamente con acetato de zinc y cloruro de sodio, ambos diluidos en metanol. Esta solución se mantuvo en agitación durante dos horas a una temperatura controlada de 60 °C. Una vez que el sustrato se encontraba limpio se depositó 10 µL por spin coating a 10,000 rpm y por dip coating con una sola inmersión a la solución y dejando secar a temperatura ambiente.



Fig. 2. Proceso de spin coating y dip coating. Ambas muestras se modificaron elevando la temperatura e irradiando con luz ultra violeta, con la finalidad de realizar un cambio en el ángulo de contacto que se midió después de cada proceso.



Fig. 3. Procesos realizados para la modificación del comportamiento de las nanoestructuras

Se ingresaron ambas muestras al horno con una temperatura de 300 °C durante 90 minutos, cuando la muestra se enfrió se midió su ángulo de contacto, posteriormente fueron sometidas a luz ultravioleta durante 60 minutos, nuevamente se midió el ángulo de contacto, se irradiaron durante por 90 minutos más y se midió el ángulo de contacto.

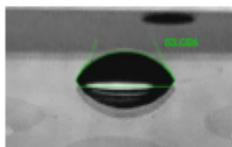


Fig. 4. Fotografía de una gota de agua para medir el ángulo de contacto

Una vez que se fotografiaron todos los ángulos de contacto se llevaron al software ImageJ para su medición. De igual manera se midió el ángulo para un sustrato limpio y sin dopaje.

III. RESULTADOS

Los ángulos de contacto cambiaron significativamente con el depósito de nanoestructuras. La figura 5 nos muestra la medición de la gota sobre la superficie del sustrato sin recubrir, observamos un ángulo de 63.064°.



Las muestras realizadas por spin coating presentaron ángulos grandes sin embargo ocurrió una disminución del ángulo al aumentar el tiempo de irradiación con luz ultravioleta.

Muestra	S100	S100/300	S100/360	S100/1150
Imagen				
Ángulo	74.424	63.564	84.318	79.549

Tabla 1. Comparativa de los ángulos de contacto de las muestras por spin coating

Las muestras que se recubrieron por dip coating mostraron una disminución inmediata en el ángulo de contacto, sin embargo, con los procesos de modificación el ángulo presentó un crecimiento.

Muestra	D1	D1/300	D1/360	D1/1150
Imagen				
Ángulo	33.084	27.246	29.480	41.537

Tabla 1. Comparativa de los ángulos de contacto de las muestras por dip coating

III. CONCLUSIONES

Desde la manera en que fueron depositadas las nanoestructuras hasta el resto de las

modificaciones que se le hicieran a cada muestra se puede observar que existe un cambio superficial; primeramente sobre la manera en que se comporta el agua sobre el sustrato limpio y ya dopado pues se altera de manera instantánea. El aumento y disminución del tamaño del ángulo de contacto se debe al tratamiento generado sobre las nanoestructuras. Poder cambiar las propiedades mediante cambios de temperatura o irradiación puede generar diversas aplicaciones además comparar dos métodos para la deposición de las soluciones da la oportunidad de seguir con la investigación y poder obtener ángulos de mayor tamaño.

IV. REFERENCIAS

- [1] E. L. Wolf, Nanophysics and Nanotechnology: An Introduction to Modern Concepts in Nanoscience. Wiley, 2015.
- [2] R. Zanella, "Metodologías para la síntesis de nanopartículas controlando forma y tamaño", Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencia y Nanotecnología, vol. 5, 03/06 2014. 10.22201/ceiich.24485691e.2012.1.45167.

V. AGRADECIMIENTOS

Al Tecnológico Nacional de México por la apertura de la convocatoria, al Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey Campus Estado de México por el espacio del laboratorio, a los proyectos de investigación científica, desarrollo tecnológico e innovación M00-PR-03-R01 Proyecto 8t0nc5 (14127)-Producción de películas delgadas nanoestructuradas con actividad antibacteriana para aplicaciones biomédicas, así mismo a CONACYT por la beca nacional otorgada.



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO

OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA DE PARTICIPACIÓN

A

**Celia Massiel Hernández Hernández, Lizbeth Melo Máximo,
Dulce Viridiana Melo Máximo,**

Por su valiosa participación en el primer CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN Y CONFORMACIÓN DE REDES DE INVESTIGACIÓN DEL TecNM con la presentación del cartel:

**“EFECTO DE LA MODIFICACIÓN DE NANOESTRUCTURAS DE
ÓXIDO DE ZINC SOBRE ÁNGULO DE CONTACTO”**

**24 y 25 de octubre del 2022 en el INSTITUTO TECNOLÓGICO DE
DURANGO-MÉXICO.**



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO
DIRECCIÓN DE POSGRADO,
INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN

DR. JESÚS OLAYO LORTIA

**DIRECTOR DE POSGRADO INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN
DEL TecNM Y PRESIDENTE DEL CONGRESO INTERNACIONAL
DE INVESTIGACIÓN Y CONFORMACIÓN DE REDES DE
INVESTIGACIÓN INNOVATEC 2022.**



CONGRESO INTERNACIONAL
DE INVESTIGACIÓN Y CONFORMACIÓN
DE REDES DE INVESTIGACIÓN DEL TecNM

INFORME TÉCNICO FINAL PARA PROYECTOS FINANCIADOS POR EL

Proyecto: 880mc5 (14127) **TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO**

I. Identificación del Proyecto

Institución:

Instituto Tecnológico de Tlalnepantla

Responsable Técnico del Proyecto:

MELO-MAXIMO, LIZBETH

Clave del proyecto: 14127-22-P

Título del proyecto: Producción de películas delgadas nanoestructuradas con actividad antibacteriana para aplicaciones biomédicas

Tipo de investigación: Básica

Duración del proyecto: 12 meses

Fecha de inicio del proyecto: 01 de enero del 2022

Fecha de término del proyecto: 31 de diciembre del 2022

II. Resultados

1. Resumen del proyecto

Introducción

Contiene una descripción general de la problemática que aborda el proyecto de investigación.

A través del tiempo los médicos e ingenieros han intentado resolver el problema ante la pérdida de un miembro corporal, de esta manera, millones de personas han utilizado algún tipo de implante para sustituirlo, entre los más utilizados se encuentran los implantes ortopédicos, los implantes dentales, implantes cardiovasculares, entre otros. De tal manera que se ha encontrado que la infección de prótesis es una de las principales fallas postoperatoria y que representa la complicación más grave que afecta a un porcentaje importante de pacientes, generando inmovilidad y dolor crónico. En el presente proyecto de investigación se presenta el estudio de algunos materiales que han demostrado ser candidatos para contrarrestar este problema esto son el Nitruro de Titanio (TiN) y Óxido de Zinc (ZnO), por lo que se han desarrollado y caracterizado nanoestructuras y películas delgadas tipo multicapa utilizando técnicas como el depósito físico en fase vapor (TiN) y método hidrotérmal, Deep coating y spin coating (ZnO) etc., sobre diferentes sustratos, que permitan encontrar los mejores resultados y que sean promisorios para ser propuestos como alternativa útil en la modificación superficial en implantes biomédicos, buscando que se mejoren sus propiedades mecánicas y morfológicas para disminuir la actividad antibacterial. Una vez obtenidas las películas delgadas nanoestructuradas por los procesos de depósito físico en fase vapor por la técnica de pulverización catódica reactiva y por método hidrotérmal respectivamente, se realizó la caracterización microestructural y mecánica mediante las técnicas de Microscopía Óptica, Microscopía Electrónica de barrido + análisis por dispersión de energía, Microscopía de fuerza atómica, prueba de adhesión Rockwell C empleando la norma VDI 3198, estudiar el ángulo de contacto y tribología. Una vez analizados los resultados y dadas las conclusiones pertinentes se sustentaron dos tesis en desarrollo de maestría y se generó la escritura de dos artículos publicados en revistas arbitradas de alto impacto.

Objetivos

Contiene el esclarecimiento de los objetivos que se cumplieron con el desarrollo del proyecto de firma cualitativa.

2023-01-20 12:06:32 (Z:CDMX) Pág. 1

Producir y caracterizar películas delgadas para detección de actividad antibacteriana

-Preparar sustratos con acabado tipo espejo.

-Modificar las variables de los procesos para obtener películas de diferentes características.

-Caracterizar superficial y mecánicamente mediante diferentes técnicas los recubrimientos obtenidos.

-Análisis de Resultados.

Metas

Contiene los resultados concretos obtenidos en forma cuantitativa respecto a: tesis desarrolladas, publicaciones, trabajos de residencia profesional, patentes en trámite, participación en eventos, etc.

Derivado de este proyecto se Alcanzaron las siguientes metas:

Se lograron 2 tesis en desarrollo de maestría, la publicación de dos artículos en revistas arbitradas, superando así las metas propuestas en un principio para el proyecto.

Desarrollo y resultados del proyecto

Contiene una explicación de los procedimientos seguidos para el cumplimiento de los objetivos y metas que conforman el proyecto.

Para alcanzar el objetivo general y los objetivos específicos del proyecto se procedió a realizar la revisión bibliográfica que fue la base y el sustento para el diseño de los experimentos y que a su vez se utilizó para redactar el marco teórico y el estado del arte de las tesis en desarrollo de 2 alumnas de maestría, dichas revisiones fueron dirigidas por la Dra. Nelva Nely Almanza Ortega, el Dr. Iván Enrique Martínez Merlin y la Dra. Dulce Viridiana Melo Máximo.

Una vez que se eligieron los parámetros de proceso se procedió a cortar y desbastar los sustratos de acero 316L. Para este procedimiento fue necesario seccionar los sustratos, desbastarlos con lijas de papel abrasivo de carburo de silicio de diferentes granulometrías, posteriormente se pulieron con pasta de diamante de diversas granulometrías utilizando paños especiales. Este procedimiento se llevó a cabo en el laboratorio de la División de Estudios de Posgrado e Investigación del que la doctora Lizbeth Melo Máximo es Responsable quien guió, capacitó y supervisó a las alumnas involucradas en la obtención de dichas muestras.

Los sustratos preparados fueron llevados al laboratorio de ingeniería de superficies del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey Campus estado de México y con ayuda de la Dra. Esmeralda Uribe Lam y la Dra. Lizbeth Melo Máximo se recubrieron por el método de depósito catódico reactivo por magnetron y por métodos químicos como lo es el método hidrotérmal utilizando procesos químicos como el deep coating y el spin coating obteniendo películas delgadas nanoestructuradas de Nitruro de Titanio y Oxido de Zinc. La caracterización microestructural y mecánica de los recubrimientos estuvo a cargo de la Dra. Dulce Viridiana Melo Máximo del Tecnológico de Monterrey campus estado de México y del Dr. Roberto Carlos Vega Morón (Cátedra COMECYT-ITTLA) y del Dr. Noé López Ferrasquía de la Universidad Politécnica del Valle de México, quienes utilizaron técnicas como Microscopía electrónica de Barrido, Microscopía de fuerza atómica y medición de ángulo de contacto y de adhesión, entre otras, para elegir con todos estos resultados las mejores películas para que en trabajos futuros sean enviados a procesos de cultivos de células y desarrollo de bacterias.

Conclusiones/Observaciones

Contiene comentarios al respecto del proyecto desarrollado.

Por las limitantes en el desarrollo del proyecto aun queda pendiente la aplicación de las pruebas de crecimiento de bacterias, sin embargo, del análisis realizado a dichas nanoestructuras y películas delgadas, se observaron buenos resultados para proponerlos como propuesta viable para disminuir las fallas en componentes de prótesis por formación de bacterias e infecciones, disminuyendo de esta forma las infecciones y las fallas por reemplazo de prótesis.

Debido a la relevancia de lo obtenido se presentaron los avances de dos tesis de maestría y el envío de dos artículos en revista de alto impacto para su publicación.

2. Objetivo del proyecto

Grado de cumplimiento del objetivo propuesto: 100% Completamente

Producir y caracterizar películas delgadas nanoestructuradas para detección de actividad antibacteriana./ Se logró la producción y la caracterización de recubrimientos de TiN y ZnO que de acuerdo con la literatura han demostrado tener actividad antibacteriana.
Proyecto: 81065 (14127)

- Preparar sustratos con acabado tipo espejo./ Se logró la obtención de sustratos de acero 316L adicionalmente se eligieron sustratos de vidrio para producir nanoestructuras de óxido de Zn.
 - Modificar las variables de los procesos para obtener películas de diferentes características./ Se realizó el diseño de experimentos que funcionó como base para obtener los mejores resultados.
 - Caracterizar superficial y mecánicamente mediante diferentes técnicas los recubrimientos obtenidos./ Se logró caracterizar microestructural y mecánicamente los recubrimientos nanoestructurados obtenidos.
 - Seleccionar los mejores recubrimientos y realizar conteo de unidades formadoras de colonias detectando actividad antibacteriana/ Aún se está en el proceso de realizar el cultivo bacteriano.
- Análisis de resultados/Se realizó un adecuado análisis de Resultados.

3. Metas

Grado de cumplimiento de las metas propuestas: **100% Completamente**

Cumplimiento de metas

Metas cuantificable	Cantidad programada	Cantidad lograda	Observaciones
Tesis en desarrollo de Maestría	2	2	Ambos trabajos se incluyen como productos obtenidos del proyecto debido a su relación con el tema de estudio.
Artículos Científicos publicados en Revistas Arbitradas	1	2	El trabajo presenta el estudio de películas delgadas de Nitruro de Titanio sobre sustratos de acero inoxidable AISI 316L mediante pulverización catódica con magnetron desbalanceado de corriente directa (CD), con características promisorias como resistencia al desgaste y a la corrosión para ser utilizadas en aplicaciones biomédicas. El segundo trabajo se basa en la producción química de nanoestructuras de óxido de zinc (ZnO) que se depositaron sobre sustratos de vidrio por dos métodos diferentes: spin-coating y dip-coating. Los sustratos dopados fueron modificados mediante temperatura y exposición a luz ultra violeta. Se caracterizó midiendo el ángulo de contacto de la superficie después de realizarle alguna modificación.
Memorias en congresos de prestigio nacional en el área	0	1	

Metas cumplidas

Tesis en desarrollo de Maestría			
2023-01-19	síntesis y caracterización de recubrimientos nanoestructurados hidrofóbicos		
2023-01-19	Caracterización mecánica de recubrimientos TiN con aplicación biomédica para prótesis de codo		
Artículos Científicos publicados en Revistas Arbitradas			
2022-12-01	Revista: Journal of Scientific and Technical Applications	Thin films of Titanium Nitride deposit on substrates used for biomedical applications	España
2022-12-30	Revista: Journal of Engineering Applications	Effect of modification of zinc oxide nanostructures on contact angle	México
Memorias en congresos de prestigio nacional en el área			
2022-10-24	Efecto de la modificación de nanoestructuras de óxido de zinc sobre ángulo de contacto.		

4. Metodología

Descripción de la metodología empleada para el alcance de los objetivos.

Se usaron los óxidos de ZnO (1127) como sustrato para fabricar recubrimientos de Titanio, nitrato de titanio, debido a que han demostrado ser candidatos para evitar el crecimiento de bacterias. Para lograr un resultado favorable es necesario elaborar películas delgadas con propiedades mecánicas como adhesión y resistencia al desgaste, por ello se realizó el estudio tribológico en seco y en húmedo a fin de encontrar las mejores variables de proceso y las mejores respuestas mecánicas.

Se sintetizaron nanoestructuras de óxido de zinc por métodos químicos, el proceso de fabricación llevó a la evaluación de las mismas por ángulo de contacto a fin de evaluar la hidrofobicidad. La estructura hexagonal tipo Wurzita ha demostrado tener capacidades antibacteriales.

Para lograr reducir el número de muestras se realizó un diseño experimental y una adecuada revisión de la bibliografía que con lo que se contribuyó a disminuir el tiempo de experimentación.

Cabe mencionar que de todas las metas propuestas sólo faltó presentar el estudio del crecimiento antibacterial que aun se encuentra en proceso.

5. Colaboración y Participación

Descripción de la participación o integración del grupo de trabajo, indicando el desempeño y las actividades realizadas de cada colaborador, incluyendo estudiantes. También se indica si hubo cambios en la participación de los investigadores y el grado de adaptación del proyecto.

Integrantes del proyecto

CVU- TecNM	Integrante	Rol	Actividades realizadas
IT19E166	MARTÍNEZ-MERLÍN, IVAN ENRIQUE	Colaborador	Revisión bibliográfica, diseño de experimentos y análisis de resultados.
IT19E875	ALMANZA-ORTEGA, NELVA NELY	Colaborador	Revisión bibliográfica, diseño de experimentos y análisis de resultados.
IT19E874	MELO-MAXIMO, LIZBETH	Responsable	Capacitación en laboratorio, fabricación de recubrimientos nanoestructurados y análisis de resultados.

Colaboración con Externos

Nombre completo	Institución	Actividades realizadas
Melo- Máximo, Dulce Viridiana	Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey.	Caracterización microestructural y mecánica de recubrimientos nanoestructurados de ZnO y TiN. Escritura de artículos arbitrados, Análisis de Resultados.
Uribe -Lam, Esmeralda	Instituto tecnológico y de estudios superiores de Monterrey.	Obtención de recubrimientos por Deposito fisico en fase vapor de películas delgadas de TiN. Análisis de Resultados
Vega -Morón, Roberto Carlos	COMECYT-TecNM/ITTLA	Caracterización mecánica de nanoestructuras. Análisis de Resultados
López -Perrusquia, Noé	Universidad Politécnica del Valle de México	Caracterización microestructural de nanoestructuras mediante diversas técnicas. Discusión de Resultados.

Participación de Estudiantes

Num. Control	Nombre completo	Institución	Rol(es)	Actividades realizadas
M21254103	Hernandez-Hernandez, Celia Massiel	Instituto Tecnológico de Tlahuepantla	Tezista	Escritura de avance de Tesis, Escritura de artículo, presentación de poster.
M14251228	Cabrera-Rosas, Yaomin	Instituto Tecnológico de Tlahuepantla	Tezista	Escritura de Tesis, desarrollo experimental

6. Difusión

Se obtuvieron nanoestructuras de Óxido de Zinc y de Nitrato de Titanio, mismas que son propuestas para la modificación superficial de materiales con el fin de proponerlas como candidatas a disminuir la actividad bacteriana.

Los resultados generaron la producción de dos artículos arbitrados y la generación de 2 tesis en desarrollo de maestría.

7. Recurso Ejercido

Proyecto	Capítulo	TecNM	Plantel	Total
	MATERIALES Y SUMINISTROS (2000)	\$ 179,574.00	\$ 0.00	\$ 179,574.00
	SERVICIOS GENERALES (3000)	\$ 20,426.00	\$ 0.00	\$ 20,426.00
	SUBTOTAL	\$ 200,000.00	\$ 0.00	\$ 200,000.00
			TOTAL	\$ 200,000.00

8. Beneficios y Problemas

Debido a la lenta ministración de los reactivos, el cultivo de bacterias se vio retrasado por lo que no se presentan aun resultados de las mismas, Sin embargo, se superaron los productos de la propuesta inicial.

<p>Responsable Técnico</p>  <p>Lizabeth Melo Máxima Nombre y firma</p>	<p>Jefe de la DEPI o Subdirector Académico</p>  <p>Miguel Angel Paredes Rueda Nombre y firma</p>	<p>Director del plantel</p>  <p>Silvia Santiago Cruz Nombre y firma</p>
---	---	---





Certificate of Publication – Journal



RENIECYT - LATINDEX - Research Gate - DULCINEA - CLASE - Sudoc - HISPANA - SHERPA
UNIVERSIA - E-Revistas - Google Scholar - DOI - REDIB - Mendeley - DIALNET - ROAD - ORCID

CDMX, October - 2022

AGUIRRE-LÓPEZ, Uriel Yosafat
MELO-MÁXIMO, Lizbeth
ORCID: 0000-0002-7081-0661,
IBARRA-MADRID, Luis Fidel
CVU CONACYT ID: 846031
HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel
CVU CONACYT ID: 1107422

Tecnológico Nacional de México

P R E S E N T:

We are pleased to inform you that your article “**Thermogravimetric study of 316L steel coated by physical deposit in vapor deposition phase (PVD)**” with keywords “*Catastrophic carburization, Reduction, Deposition*”. Has been published on pages 1-5, in “**Journal of Research and Development**”, *V-8 N-22*, with ISSN: **2444-4987**. Journal edited by ECORFAN-Mexico, S.C. Holding Spain. (2022) and DOI: 10.35429/JRD.2022.22.8.1.5.

This article is classified in:

Area: Physics-Mathematics and Earth Sciences
Field: Physics
Discipline: Physics of the solid state
Subdiscipline: Surfaces

This research is published in:

https://www.ecorfan.org/span/researchjournals/Investigacion_y_Desarrollo/vol8num22/Journal_of_Research_and_Development_V8_N22_1.pdf

The Journal is Arbitrated by peer review is Indexed and deposited in Databases:

LATINDEX (Scientific Journals of Latin America, Spain and Portugal)
EBSCO (Research Database - EBSCO Industries)
RESEARCH GATE (Germany)
GOOGLE SCHOLAR (Citation indexes-Google)
REDIB (Iberoamerican Network of Innovation and Scientific Knowledge- CSIC)
MENDELEY (Bibliographic References Manager)

We issue this certificate for the purposes of science, technology and innovation.

Regards.

PERALTA-CASTRO, Enrique. MsC.
CIO-ECORFAN-México, S.C.
CONACYT-RENIECYT: 1702902

ECORFAN-México, S.C.
143 – 50 Itzopan Street
La Florida, Ecatepec Municipality
Mexico State, 55120 Zipcode
Phone: +52 1 55 6159 2296
Skype: ecorfan-mexico.s.c.
E-mail: contacto@ecorfan.org
Facebook: ECORFAN-México S. C.
Twitter: @EcorfanC

www.ecorfan.org

Holdings

Mexico	Colombia	Guatemala
Bolivia	Cameroon	Democratic Republic of Congo
Spain	El Salvador	
Ecuador	Taiwan	
Peru	Nicaragua	Paraguay

Thermogravimetric study of 316L steel coated by physical deposit in vapor deposition phase (PVD)

Estudio termogravimétrico de acero 316L recubierto por depósito físico en fase vapor (PVD)

AGUIRRE-LÓPEZ, Uriel Yosafat†, MELO-MÁXIMO, Lizbeth*, IBARRA-MADRID, Luis Fidel and HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel

Tecnológico Nacional de México. Instituto Tecnológico de Tlalnepantla, Postgraduate and Research Department, Mexico.

ID 1st Author: *Uriel Yosafat, Aguirre-López*

ID 1st Co-author: *Lizbeth, Melo-Máximo* / ORC ID: 0000-0002-7081-0661, CVU CONACYT ID: 299373

ID 2nd Co-author: *Luis Fidel, Ibarra-Madrid* / CVU CONACYT ID: 846031

ID 3rd Co-author: *Celia Massiel, Hernández-Hernández* / CVU CONACYT ID: 1107422

DOI: 10.35429/JRD.2022.22.8.1.5

Received: July 20, 2022; Accepted: December 30, 2022

Abstract

Catastrophic carburization (metal dusting) is one of the problems with the greatest impact on the petrochemical and direct iron reduction industry. This work shows the synthesis of chromium oxide (Cr₂O₃) coatings on 316L steel as a protective layer to prevent and/or delay material degradation. In this work, the Physical Vapor Deposition (PVD) method will be used, since it is a technique that allows the control of the atmosphere in which the deposition is being carried out, forming high quality thin films, with excellent adherence to the substrate, thus improving its surface properties. Thin films with thicknesses less than one micrometer were obtained, which were subjected to corrosion tests by thermogravimetry in an atmosphere of CH₄ at 800°C for 15 minutes and 20 hours, scanning electron microscopy and elemental quantification. The coatings obtained showed an improvement in their resistance to corrosion in critical atmospheric conditions according to the graphs obtained in the thermogravimetry test, observing a lower weight gain compared to the uncoated sample.

Resumen

La carburización catastrófica (metal dusting) es una de las problemáticas con mayor repercusión en la industria petroquímica y de reducción directa de hierro. El presente trabajo muestra la síntesis de recubrimientos de óxido de cromo (Cr₂O₃) sobre acero 316L como capa protectora para prevenir y/o demorar la degradación del material. En este trabajo se empleará el método de Deposición Física de Vapor (PVD), ya que es una técnica que permite el control de la atmósfera en la cual se está realizando la deposición, formando películas delgadas de alta calidad, con una excelente adherencia al sustrato, mejorando así sus propiedades superficiales. Se obtuvieron películas delgadas de espesores inferiores a un micrómetro, que fueron sometidas a pruebas de corrosión por termogravimetría en una atmósfera de CH₄ a 800°C por tiempos de 15 minutos y 20 horas, microscopía electrónica de barrido y cuantificación elemental. Los recubrimientos obtenidos presentaron una mejora en su resistencia a la corrosión en condiciones atmosféricas críticas de acuerdo con los gráficos obtenidos en la prueba de termogravimetría observando una ganancia en peso menor en comparación con la muestra no recubierta.

Catastrophic carburization, Reduction, Deposition

Carburización catastrófica, Reducción, Depósito

Citation: AGUIRRE-LOPEZ, Uriel Yosafat, MELO-MAXIMO, Lizbeth, IBARRA-MADRID, Luis Fidel and HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel. Thermogravimetric study of 316L steel coated by physical deposit in vapor deposition phase (PVD). *Journal of Research and Development*. 2022. 8-22:1-5.

* Author's Correspondence (E-mail: lizbeth.mm@tlalnepantla.tecnm.mx)

† Researcher contributing as first author.

Introduction

Corrosion is the deterioration of a substance or its properties due to reaction with its environment; If the environment is at high temperatures, the phenomenon is called catastrophic carburization (metal dusting). When in contact with highly carburizing atmospheres, vulnerable metals begin a disintegration process generating carbon that will supersaturate the surface when dissolved in the metallic phase, this will cause the destruction of the material by eroding it, mainly affecting the performance of the material in the chemical industries, electrical, energy and transportation (Grabke, 2003).

One of the solutions that have been proposed to delay catastrophic carburization (metal dusting) is to perform a coating using the physical vapor deposition (PVD) technique, this will help preserve and extend the useful life of the materials. One of the candidates with the greatest potential to be deposited is chromium oxide (Cr_2O_3) due to its protective properties against corrosion.

The chrome oxide coating acts as a protective layer, improving the resistance to corrosion of the steel as it modifies the properties of the surface. Some steels such as stainless steels (especially austenitic stainless steels (Y. L. G, 1990)) present this element in their composition, showing resistance to corrosion by themselves because they tend to form a passive oxide layer (T Michler, 2016).

Physical Vapor Deposition Method (PVD)

Being one of the techniques that does not generate contaminants, physical vapor deposition (PVD) is used to transfer material from an atomic level through evaporation, which will later condense on the surface of the substrate, thus forming a thin film (A. V. Rane, 2018) (Ghader Faraji, 2018). This process is carried out in a controlled atmosphere where an inert gas is used to transport the evaporated ions; smooth surfaces with good adhesion, excellent tribological and mechanical properties are produced (Makhlouf, 2011).

The use of the physical vapor deposition (PVD) technique allows deposits of elements, alloys or compounds free of contamination, with good quality and increased adhesion (Baptista, Silva, Porteiro, Miguez, & Pinto, 2018).

Metal dusting

The degradation of both alloys and metals due to the presence of carbon in the environment is known as carburization, this type of corrosion causes failures in different industrial components (D. J. Young, 2011). A consequence of the formation of metallic powders on surfaces is the severe loss of material. At elevated temperatures between 400-700°C carbon dioxide (CO) acts as a reducing gas releasing carbon destroying alloys at an exuberant rate compared to oxygen (Zhang, 2012).

Thin Film Cr/Cr_2O_3

Chromium oxide has high hardness, which allows it to have high resistance to wear, obtaining a low coefficient of friction. These characteristics make it a potential candidate for coating parts or components that are exposed to critical environmental conditions. In the final phase, chrome oxidation changes the microstructure of the surface, increasing the properties of the material on which it is deposited (Laura Dimate Castellanos, 2017).

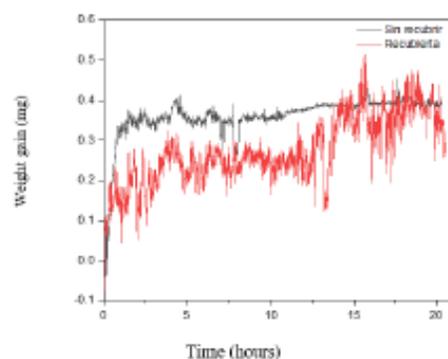
Methodology

Through roughing and polishing, 316L steel samples were prepared to be processed with the physical vapor deposition technique. Chromium oxide was synthesized on the substrates using a chromium blank and constant oxygen flow. A 20-minute ion wash is performed before adding the pure chrome bond coat for 5 minutes. Once the oxygen is added, the process lasts 30 minutes. The samples obtained are characterized by thermogravimetry (TGA) at different times: 0 and 15 min. and 20 hours; Finally, the characterization was carried out by scanning electron microscopy and an analysis of energy dispersion and mapping by elements.

Results and discussion

Thermogravimetry tests were performed at 15 minutes and 20 hours without coating, then a 20-hour test with Cr/Cr₂O₃ coating; Figure 1 shows the graph obtained when performing the thermogravimetry test, the comparison of the samples exposed to corrosion for 20 hours with and without coating is presented.

It can be seen that the coated sample has a lower weight gain compared to the uncoated sample; At approximately 14 hours, both samples show a very close weight gain between both cases, however, in the case of the coated one it is slightly lower.



Graphic 1 Comparative TGA of samples subjected to corrosion for 20 hours

Figure 1 presents the images obtained by scanning electron microscopy, showing the surface of the uncoated 316L substrate, and treated by thermogravimetry at different times. The oxide formation process is observed; before being subjected to corrosion tests, 0 minutes (figure 1a) there is little presence of oxides compared to the sample that was processed for 15 minutes (figure 1b), in which the oxides are more noticeable and begin to form agglomerations; the 20-hour sample (figure 1c), which in the thermogravimetry graph shows an increase in mass, demonstrating that this is due to the formation of oxide on its surface; the figure shows grain boundaries and oxide deposits.



Figure 2 Uncoated 316L steel characterized by thermogravimetry: a) 0 minutes, b) 15 minutes and c) 20 hours

Figure 2 shows the surface of the Cr/Cr₂O₃ coating that was deposited on a 316L steel and subsequently subjected to a 20-hour corrosion test by thermogravimetry. The coating showed a decrease in the formation of oxides; image 3a was obtained by scanning secondary electrons, bright regions were observed so a scan with backscattered electrons was performed (figure 2b) to make these formations visible by atomic contrast.

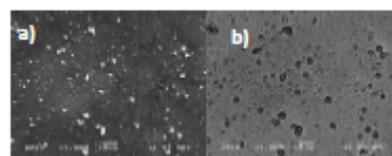


Figure 2 Chromium/chromium oxide coating on a 316L steel characterized by thermogravimetry for 20 hours

Figures 3, 4 and 5 show the element identification analyzes for each of the samples processed by thermogravimetry at 0, 15 minutes and 20 hours that were not coated. Figure 4c shows the amount of chromium present in the substrate while figure 3b gives the amount of oxygen present in the sample.

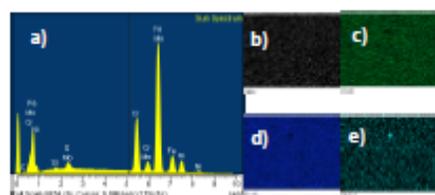


Figure 3 Elemental analysis of uncoated 316L sample with minutes in thermogravimetry. a) Mapping of oxygen in the sample, b) Mapping of chromium in the sample, c) Mapping of iron in the sample and d) Mapping of manganese in the sample

The region presented in figure 4 has a small accumulation of oxide, this is observed in figure 4b where it is shown that oxygen is present in this region, in the same way there is the presence of chromium in the sample according to figure 4c.

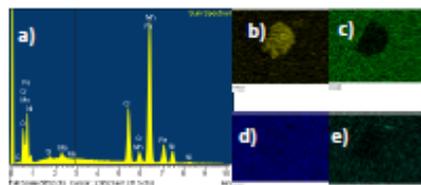


Figure 4 Elemental analysis of the uncoated 316L sample with 15 minutes in thermogravimetry. a) Mapping of oxygen in the sample, b) Mapping of chromium in the sample, c) Mapping of iron in the sample and d) Mapping of manganese in the sample

In figure 5, the analysis by energy dispersion and the mapping by elements of the sample subjected to 20 hours of uncoated corrosion, regions where oxygen (figure 5b) and chromium (figure 5c) are concentrated can be observed, denoting the formation of oxides in these areas.

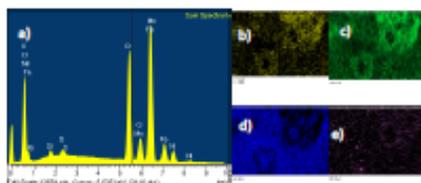


Figure 5 Element analysis of uncoated 316L sample with 20 hours in thermogravimetry. a) Mapping of oxygen in the sample, b) Mapping of chromium in the sample, c) Mapping of iron in the sample and d) Mapping of manganese in the sample

In comparison with the previous images, figure 6 shows the analysis of the sample coated and subjected to corrosion for 20 hours, the energy dispersion analysis shows a higher peak of chromium present in the thin film, it is observed that oxygen figure 6b and the chromium figure 6c are homogeneous throughout the analyzed surface, the iron of the base substrate figure 6d is practically imperceptible due to the layer formed of $\text{Cr/Cr}_2\text{O}_3$, this indicates the protective nature of the thin film, which after being subjected to corrosion even is attached to the substrate.

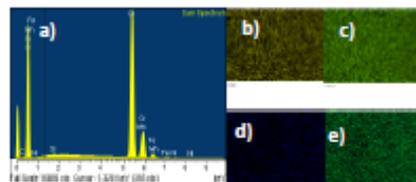


Figure 6 Energy dispersive analysis and element mapping of the 20-hour coated 316L sample in thermogravimetry. a) energy dispersion analysis showing the presence of chromium in the thin film, b) Mapping of chromium in the sample, c) Mapping of iron in the sample and d) Mapping of manganese in the sample

Conclusion

Catastrophic carburization occurs frequently in the industry, so the method of protection by adding thin films on the surface increases the useful life of the material by delaying its degradation.

$\text{Cr/Cr}_2\text{O}_3$ coatings created by the PVD process on 316L steel substrates have shown an improvement in resistance to gas corrosion at high temperatures, considerably reducing it.

The results obtained in the present work show that the proposed coating ($\text{Cr/Cr}_2\text{O}_3$) generates a protection barrier for the substrate, obtaining a lower weight gain during the thermogravimetry test than the uncoated material, longer corrosion tests are necessary to continue with the study of thin films as corrosion barriers.

Acknowledgements

To CONACYT for the National scholarships granted to the students of the master's degree in Engineering Sciences-PNPC of the TECN/ITTILA.

To the TECN/ITTILA for the funded projects:

89w964(10232)-2021

r0pw49(13541)-2022

References

A. V. Rane, K. K. (2018). Chapter 5- Methodos for synthesis of nanoparticles and fabrication of nanocomposites. In A. V. Rane, Synthesis of Inorganic nanomaterials (pp. 121-139). Woodhead Publishing.

AGUIRRE-LOPEZ, Uriel Yosafat, MELO-MAXIMO, Lizbeth, IBARRA-MADRID, Luis Fidel and HERNANDEZ-HERNANDEZ, Celia Massiel. Thermogravimetric study of 316L steel coated by physical deposit in vapor deposition phase (PVD). Journal of Research and Development. 2022

Baptista, A., Silva, F., Porteiro, J., Míguez, J., & Pinto, G. (2018). Sputtering Physical Vapour Deposition (PVD) Coatings: A Critical Review on Process Improvement and Market Trend Demands. *Coatings*, 8(11), 402. doi: <https://doi.org/10.3390/coatings8110402>

D. J. Young, J. Z. (2011). Recent advances in understanding metal dusting: a review. *Materials and corrosion*, 62(1), 7-28. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/maco.201005675>

Ghader Faraji, H. S. (2018). *Methods, processing and properties* (1 ed.). Severe Plastic Deformation. doi:9780128135181

Grabke, H. (2003). Metal dusting. *Materials and corrosion*. doi: <https://doi.org/10.1002/maco.200303729>

Laura Dimate Castellanos, J. E. (2017). Resistencia a la corrosión de recubrimientos de Cr₂O₃ aplicados con Termo-Rociado por el proceso de llama. *SciELO*, 35(1). doi:10.14482/inde.35.1.8941

Makhlouf, A. S. (2011). Current and advanced coating technologies for industrial applications. In A. S. Makhlouf, *Nanocoatings and Ultra-Thin Films* (pp. 3-23). Woodhead Publishing.

T Michler, A. O. (2016). *Austenitic Stainless Steels*. Germany: Elsevier. doi:10.1016/B978-0-12-803581-8.02509-1

Y., L. G. (1990). *High temperature corrosion of engineering alloys*. Estados Unidos: Department of energy. ISBN0871704110, 9780871704115.



Certificate of Publication – Journal



1702902 CONACYT

RENIECYT - LATINDEX - Research Gate - DULCINEA - CLASE - Sudoc - HISPANA - SHERPA
UNIVERSIA - E-Revistas - Google Scholar - DOI - REDIB - Mendeley - DIALNET - ROAD - ORCID

CDMX, December - 2022

ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián
ORCID: 0000-0003-2909-9473, CVU CONACYT ID: 1107452
MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana
ORCID: 0000-0001-7488-7677, CVU CONACYT ID: 170068
VEGA-MORON, Roberto Carlos
ORCID: 0000-0003-4772-7904, CVU CONACYT ID: 513822
HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel
ORCID: 0000-0002-2472-8683, CVU CONACYT ID: 1107422

Instituto Tecnológico de Tlalnepantla / Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México

PRESENT:

We are pleased to inform you that your article "Effect of deposition time on the zinc nanowires growth on steel substrates" with keywords "PVD, Zinc oxide, Hydrothermal method". Has been published on pages 25-29, in "Journal of Technological Development", V-6 N-17, with ISSN: 2531-2960. Journal edited by ECORFAN-Mexico, S.C. Holding Spain. (2022) and DOI: 10.35429/JTD.2022.17.6.25.29.

This article is classified in:

Area: Engineering
Field: Engineering
Discipline: Mechanical Engineering
Subdiscipline: Materials engineering

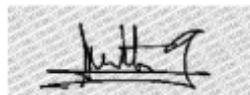
This research is published in:
https://www.ecorfan.org/spain/researchjournals/Desarrollo_Tecnologico/vol6num17/Journal_of_Technological_Development_V6_N17_4.pdf

The Journal is Arbitrated by peer review is Indexed and deposited in Databases:

LATINDEX (Scientific Journals of Latin America, Spain and Portugal)
EBSCO (Research Database - EBSCO Industries)
RESEARCH GATE (Germany)
GOOGLE SCHOLAR (Citation indices-Google)
MENDELEY (Bibliographic References Manager)
REDIB (Ibero-American Network of Innovation and Scientific Knowledge- CSIC)
HISPANA (Information and Bibliographic Orientation-Spain)

We issue this certificate for the purposes of science, technology and innovation.

Regards.



PERALTA-CASTRO, Enrique. MsC.
CIO-ECORFAN-México, S.C.
CONACYT-RENIECYT: 1702902

ECORFAN-México, S.C.
143 – 50 Itzopan Street
La Florida, Ecatepec Municipality
Mexico State, 55120 Zipcode
Phone: +52 1 55 6159 2296
Skype: ecorfan-mexico.s.c.
E-mail: contacto@ecorfan.org
Facebook: ECFORFAN-México S.C.
Twitter: @EcorfanC

www.ecorfan.org

Holdings

Mexico	Colombia	Guatemala
Bolivia	Cameroon	Democratic Republic of Congo
Spain	El Salvador	
Ecuador	Taiwan	
Peru	Nicaragua	Paraguay

Effect of deposition time on the zinc nanowires growth on steel substrates**Efecto del tiempo de deposición en el crecimiento de nanocables de óxido de zinc sobre sustratos de acero**

ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián†, MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana*, VEGA-MORON, Roberto Carlos and HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel

*Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Tlalnepantla, México.
Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México, México.*

ID 1st Author: Fortino Fabián, Estrada-Martínez / ORC ID: 0000-0003-2909-9473, CVU CONACYT ID: 1107452

ID 1st Co-author: Dulce Viridiana, Melo-Máximo / ORC ID: 0000-0001-7488-7677, CVU CONACYT ID: 170068

ID 2nd Co-author: Roberto Carlos, Vega-Moron / 0000-0003-4772-7904, CVU CONACYT ID: 513822

ID 3rd Co-author: Celia Massiel, Hernández-Hernández / ORC ID: 0000-0002-2472-8683, CVU CONACYT ID: 1107422

DOI: 10.35429/JTD.2022.17.6.25.29

Received January 30, 2022; Accepted June 30, 2022

Abstract

Zinc oxide nanowires have gained great research interest for their unique and diverse properties, mainly due to their surface reaction and surface/volume ratio. The present work analyzes the effect of the deposition time of a zinc oxide seed by physical vapor deposition assisted by plasma and the growth time of zinc oxide nanowires by hydrothermal method. The samples were characterized by scanning electron microscopy, and the contact angle was measured to verify their hydrophobic or hydrophilic properties. With the characterization, a higher angle of 103.493° and a lower angle of 14.006° were obtained, due to the shape and size of the nanostructures and how encapsulates the air.

PVD, Zinc oxide, Hydrothermal method

Citation: ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián, MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana, VEGA-MORON, Roberto Carlos and HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel. Effect of deposition time on the zinc nanowires growth on steel substrates. Journal of Technological Development. 2022. 6-17:25-29.

Resumen

Los nanocables de óxido de zinc han ganado gran interés dentro del campo de investigación por sus propiedades únicas y diversas, debidas en su mayoría a su reacción superficial y su relación superficie/volumen. El presente trabajo analiza el efecto del tiempo de deposición de una semilla de óxido de zinc por la técnica de deposición física de vapor asistida por plasma y el tiempo de cultivo de los nanocables de óxido de zinc por el método hidrotermal. Las muestras se caracterizaron por microscopía electrónica de barrido y se midió el ángulo de contacto para verificar sus propiedades hidrofóbicas o hidrofílicas. Con la caracterización se obtuvo un ángulo mayor de 103.493° y un menor de 14.006°, esto debido a la forma y tamaño de las nanoestructuras y la manera en la que encapsula el aire.

PVD, Óxido de zinc, Método hidrotermal

* Correspondence to Author (E-mail: virimelo@tec.mx)

† Researcher contributing first author.

Introduction

One of the nanotechnology advantages is to generate solutions to current problems based on surfaces modifications. New properties in materials are achieved by the manipulation of atoms thus varying their shape, size, and/or functionalization [1].

On the other hand, physical vapor deposition (PVD) is a non-polluting technique used to produce coatings. This process involves the transfer of one (target) material onto another (substrate) from vaporization atom by atom, growing on the substrates a surface film [2].

This and similar techniques are mostly used for the synthesis of thin films used for materials protection; however, this technique can also be used for the generation of support (seed) for the growth or deposition of materials since it generates a homogeneous layer on the surfaces [3].

Additionally, among metal oxides, ZnO is relevant in various applications within the nanotechnology area due to its conductive and permeable properties [4]. The synthesis methods for these structures are simple and inexpensive, among them are inorganic reduction, chemical vapor deposition, green chemistry, and others [5].

The most stable structure of zinc oxide is "wurtzite", this structure presents a singularity in its physicochemical properties, becoming hydrophobic or hydrophilic depending on their inclination due to the seed from which are generated [6].

The growth of zinc oxide nanostructures is affected by a first process known as seed. The result is a variety of shapes depending on the surface on which they are developing since their orientation and size depend on them [7].

Methodology to be developed

The growth of the zinc oxide nanowires was conducted in two stages: seed deposition and growth of the nanowires. The zinc oxide seed was deposited by PVD during 1 and 5 seconds with a constant oxygen flow (1 sccm) and power of 50 W, the substrates were 316L steel previously prepared up to mirror finish.



Figure 1 Mirror-polished 316L substrate. Plasma from the process of seed deposition by PVD

Once the seeds were deposited and characterized by contact angle test, the samples were immersed in 1:1 solution of zinc nitrate and hexamethylenetetramine, then placed inside an furnace for 1, 2 and 4 hours at a temperature of 90 °C.



Figure 2 Samples inside the furnace

Each of the samples was carefully washed with distilled water and left to dry at room temperature in a desiccator, then characterized by contact angle with open-source ImageJ software, scanning electron microscopy and energy dispersion analysis were also performed.

Results

The characterization of the samples showed a change in the size of the structures as time passed, in addition to the change in their wettability. Figure 3 represents the sample with a seed of 5 seconds and 4 hours in the furnace. The contact angle decreased to approximately half the size compared to the seed only.

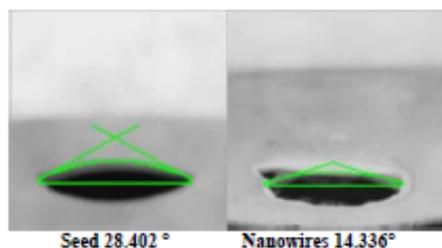


Figure 3 Contact angles of the sample obtained with 5 seconds of seed deposition and 4 hours of the hydrothermal method

The SEM image figure 4 exhibits long structures and with a non-uniform arrangement so it is possible that the contact angle decreased since there is no encapsulated air between the structures. The peaks present in the EDS indicate the presence of zinc and oxygen on the surface.

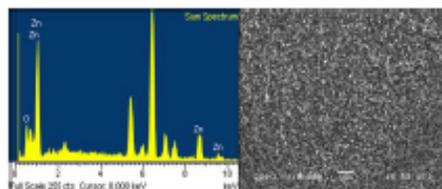


Figure 4 EDS and SEM of the sample obtained with 5 seconds of seed and 4 hours of hydrothermal method

In figure 5 can be observed the behavior of the sample obtained with 5 seconds of seed deposition and 2 hours of growth; the contact angle of the seed is higher than the obtained on the surface with nanowires.

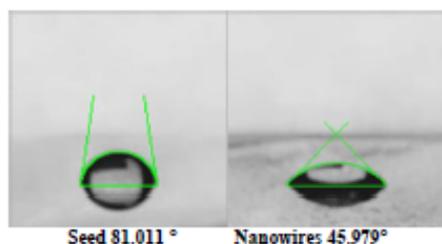


Figure 5 Contact angles of the sample obtained with 5 seconds of seed deposition and 2 hours of the hydrothermal method

The SEM image of Figure 6 shows small agglomerations with linear structures on the surface. Like the previous sample, EDS shows the presence of zinc and oxygen with a smaller intensity.

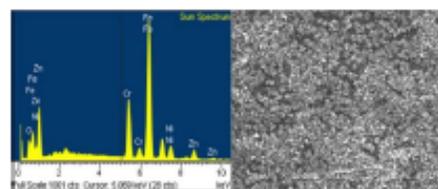


Figure 6 EDS and SEM of the sample obtained with 5 seconds of seed and 2 hours of hydrothermal method

The sample obtained with 5 seconds of seed deposition and one hour growth can be seen in Figure 7. The contact angle of the surface with nanowires shows an increase compared to the measured in the seed.

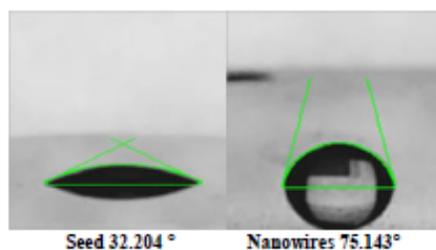


Figure 7 Contact angles of the sample obtained with 5 seconds of seed deposition and 1 hour of hydrothermal method

In the SEM image (figure 8), similarly to previous sample, can be observed more dispersed agglomerations on the surface. EDS analysis exhibits zinc and oxygen peaks at a lower intensity than those of previous samples.

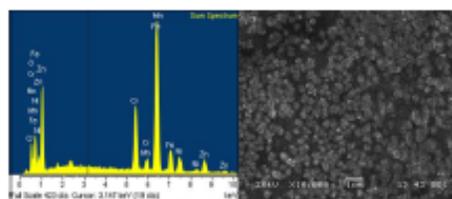


Figure 8 EDS and SEM of the sample obtained with 5 seconds of seed and 1 hour of hydrothermal method

The samples with 1 second of deposition had a different behavior to those of 5 seconds since, in all of them, the angle increased with respect to that of the seed.

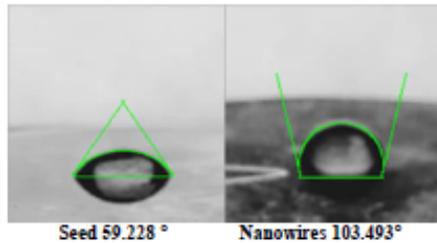


Figure 9 Contact angles of the sample 1 second of seed deposition and 4 hours of the hydrothermal method

Figure 9 presented the sample with 1 second of seed and 4 hours of growth, the SEM image (Figure 10) shows long and disordered structures where the air is encapsulated; therefore it has a contact angle higher than 100° .

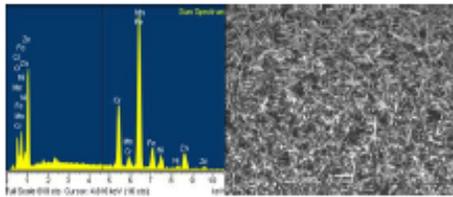


Figure 10 EDS and SEM of the sample obtained with 1 second of seed and 4 hours of hydrothermal method

Similarly, to previous samples, in the surface were observed zinc and oxygen.

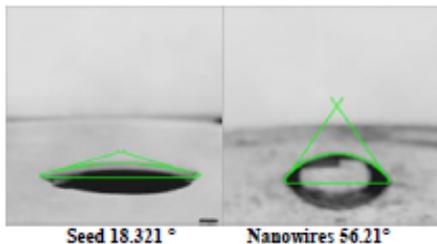


Figure 11 Contact angles of the sample obtained with 1 second seed deposition and 2 hours hydrothermal method

For the sample with 1 second of seed deposition and two hours of culture the contact angle also increased.

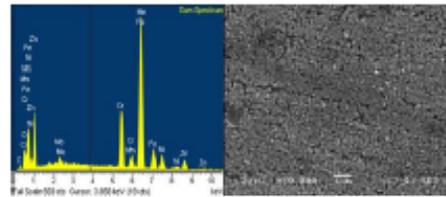


Figure 12 EDS and SEM of the sample obtained with 1 second of seed and 2 hours of hydrothermal method

From SEM inspection of the surface can be observed agglomerations, however, they are so close together that appear to be a single one. The presence of zinc oxide is observed in the EDS according to the peaks obtained.

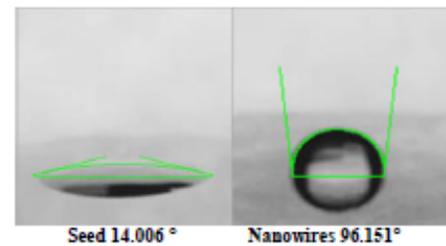


Figure 13 Contact angles of the sample obtained with 1 second of seed deposition and 1 hour of the hydrothermal method

The 1-second seed presented in Figure 13 has an angle of 14° that, after the growth of nanowires, increases to 96° .

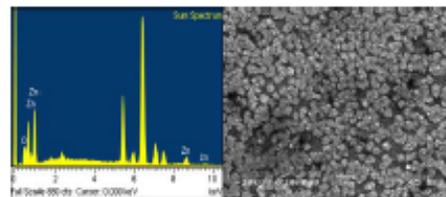


Figure 14 EDS and SEM of the sample obtained with 1 second of seed and 1 hour of hydrothermal method

Characterization by SEM shows agglomerations with linear structures. The signal of both zinc and oxygen in this sample is low compared to the others, although it corroborates oxide formation.

Acknowledgements

To the Graduate Studies and Research Division of TECNM-ITTILA, to the surface engineering laboratory of the Technological Institute of Monterrey campus Estado de México, as well as to CONACYT for the national scholarship granted.

Conclusions

Zinc oxide nanowire arrays were successfully synthesized using the hydrothermal method from a seed deposited by PVD. The relationship of seed deposition time and hydrothermal growth time is observed in the change of structures above the surface.

The characteristic hexagonal wurtzite structure of zinc oxide is not very noticeable in the MEB images since the structures are small.

The interaction of the surface with the liquids had evident changes, in some of the samples (seed of 1 second) increased compared to the seed deposited, however, the other samples (seed of 5 seconds) have unusual variations since only one of them had an increase in angle while the others decreased.

References

- [1] Law, K.-Y. (2014). Definitions for Hydrophilicity, Hydrophobicity, and Superhydrophobicity: Getting the Basics Right. *J. Phys. Chem. Lett.*, 5(4), 686-688. doi:10.1021/jz402762h <https://doi.org/10.1021/jz402762h>
- [2] Andresa Baptista, F. S. (2018). Sputtering Physical Vapour Deposition (PVD) Coatings: A Critical Review on Process Improvement and Market Trend Demands. *Coatings*, 8(402), 1-22. doi:10.3390/coatings811040 <https://doi.org/10.3390/coatings6010001>
- [3] Tigli, J. L. (2013). Zinc oxide nanostructures: from growth to application. *J Mater Sci*, 48, 612-624. doi:10.1007/s10853-012-6938-5 <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6938-5>
- [4] Pai-Chun Chang, Z. F.-Y.-A. (2004). ZnO Nanowires Synthesized by Vapor Trapping CVD Method. *Chemistry of materials*, 16(24), 5133-5137. doi:10.1021/cm049182c <https://doi.org/10.1021/cm049182c>
- [5] Aleksandra B. Djurišić, Xinyi Chen, Yu Hang Leung, and Alan Man Ching Ng. (2012). ZnO nanostructures: growth, properties and application. *Journal of materials Chemistry*, 22, 6526-6535. doi:10.1039/C2JM15548F <https://doi.org/10.1039/C2JM15548F>
- [6] V. Khranovskyy, T. E. (2012). Surface morphology effects on the light-controlled wettability of ZnO nanostructures. *Applied Surface Science*, 258, 8146-8152. doi:10.1016/j.apsusc.2012.05.011, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.05.011>
- [7] Clotaire Chevalier-César, M. C.-G.-W. (2014). Growth mechanism studies of ZnO nanowire arrays via hydrothermal method. *Applied Phys A*, 115, 953-960. doi:10.1007/s00339-013-7908-8, <https://doi.org/10.1007/s00339-013-7908-8>

**VIII Simposio Nacional y 1^{era}
Reunión Latinoamericana de
Ingeniería de Superficies y
Tribología**



Estimado: Celia Massiel Hernández Hernández

Número de Resumen: 19

En nombre de la Red Temática CONACYT en Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), TriboBR y la Asociación Argentina de Tribología nos complace informarle que su trabajo titulado: "Efecto de la deposición de semilla en el crecimiento de nanocables de óxido de Zinc en sustratos de acero."

De: C. Hernández, F. Estrada, L. Melo, R. Farinango1 y D. Melo

Tópico: NCOM.

Ha sido **ACEPTADO** para su presentación en la modalidad **PÓSTER** dentro del VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022, el cual se llevará a cabo de manera virtual del 6 al 11 de noviembre de 2022.

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña
Presidente
REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude
Secretario
TriboBR

Dr. Germán Prieto
Secretario
AAT

Efecto de la deposición de semilla en el crecimiento de nanocables de óxido de zinc en sustratos de acero

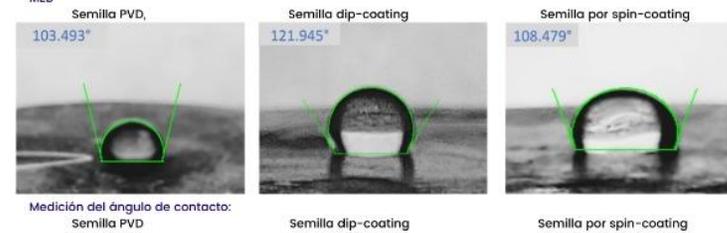
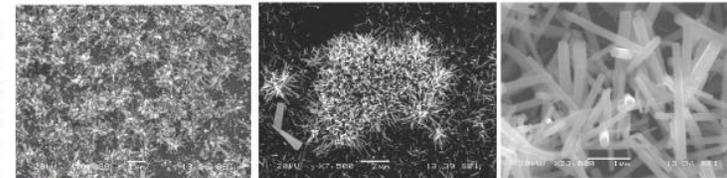


VIII Simposio Nacional y Primera Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022

C. M. Hernández-Hernández¹, E. F. Estrada-Martínez¹, L. Melo-Máximo¹, R. Y. Farinango-Eskola² y D. V. Melo-Máximo²
 1: TecNM-Instituto Tecnológico de Tlalneantla, División de Estudios de Posgrado e Investigación, Av. Instituto Tecnológico s/n, La comunidad, 54070, Tlalneantla de Baz, México.
 2: Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México, Av. Lago de Guadalupe KM 3.5, Margarita Maza de Juárez, 52926 Cd López Mateos, Méx

Resultados

PVD Dip-coating Spin-coating



Introducción

El soporte brindado por la nanotecnología para el diseño y desarrollo de nuevos materiales modificando sus propiedades basado en su forma, tamaño y funcionalización ha abierto nuevos horizontes en nuevas propiedades de los materiales [1]. El óxido de zinc muestra cierta singularidad al encontrarse nanoestructurado en la inclinación que forma con la superficie de los líquidos muestra propiedades químico-físicas como hidrofobicidad o hidrofiliidad [2].

Metodología

Sustrato:

Acero 316L pulido a espejo.

Semilla:

Síntesis química con acetato de zinc y cloruro de sodio diluidos en metanol.

Deposición de la semilla:

-Spin-coating: 3000 rpm/40s.

-Dip-coating: 25 inmersiones.

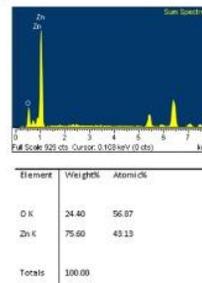
-PVD: 5s de exposición.

Crecimiento de nanocables:

Síntesis por método hidrotermal utilizando nitrato de zinc y hexametilentetramina, dejando las muestras en el horno a 90°C durante 4 horas.



Spin-coating. Dip-coating. PVD.



EDS de las muestras con nanocables de óxido de zinc

Conclusión

Se demostró que los 3 métodos utilizados para el crecimiento de los nanocables favorecen las propiedades hidrofóbicas de la superficie. El mayor ángulo lo tiene la muestra de dip-coating, esto puede deberse a las estructuras crecidas sobre las superficies como racimos de nanocables, estos encapsulan aire entre ellas haciendo que la tensión superficial entre el líquido y el sólido sea mayor que los otros.

Agradecimientos

A la REDISYT por el espacio para mostrar este trabajo de investigación. Al ITESM-CEM y al Laboratorio de Ingeniería de superficies por las facilidades otorgadas para la realización de la experimentación, a TECNM-ITTILA por el apoyo a través del proyecto de investigación científica, 8t0nc5 (14127)-Producción de películas delgadas nanoestructuradas con actividad antibacteriana para aplicaciones biomedicas. Finalmente a CONACYT por la beca nacional otorgada.

Bibliografía relacionada

- [1] E. L. Wolf, Nanophysics and Nanotechnology: An Introduction to Modern Concepts in Nanoscience. Wiley, 2015.
 [2] R. Zanella, "Metodologías para la síntesis de nanopartículas controlando forma y tamaño", Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencia y Nanotecnología, vol. 5, 03/06 2014.

**VIII Simposio Nacional y 1^{era}
Reunión Latinoamericana de
Ingeniería de Superficies y
Tribología**



Estimado: **Celia Massiel Hernández Hernández**

Número de Resumen: NCOM-19

En nombre de la Red Temática de Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), Tribobr y la Asociación Argentina de Tribología nos complace de confirmar que su trabajo titulado: *“Efecto de la deposición de semilla en el crecimiento de nanocables de óxido de Zinc en sustratos de acero.”*.

De: **C. Hernández, E. Estrada, L. Melo, R. Farinangol y D. Melo**

Fue presentado en modalidad Póster en el VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022, el cual se llevó a cabo de manera virtual del 6 al 11 de noviembre de 2022.

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña
Presidente REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude
Secretario Tribobr

Dr. Germán Prieto
Secretario AAT

**VIII Simposio Nacional y 1^{era}
Reunión Latinoamericana de
Ingeniería de Superficies y
Tribología**



Estimado: **Romi Yainel Farinango Eskola**

Número de Resumen: **32**

En nombre de la Red Temática CONACYT en Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), TribobR y la Asociación Argentina de Tribología nos complace informarle que su trabajo titulado: **“Efecto de los parámetros de deposición en las películas delgadas de Ti/TiO₂ en acero 316L mediante PVD .”**.

De: **R.Farinango, E. Uribe, L. Melo,D.Melo, F.Estrada y C. Hernandez**

Tópico: **PEL-TRIB.**

Ha sido **ACEPTADO** para su presentación en la modalidad **PÓSTER** dentro del VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022, el cual se llevará a cabo de manera virtual del 6 al 11 de noviembre de 2022.

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña
Presidente
REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude
Secretario
TribobR

Dr. Germán Prieto
Secretario
AAT

Efectos de los parámetros de deposición en las películas delgadas Ti/TiO₂ en acero 316L mediante PVD.



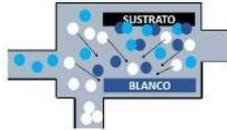
R. Farinango-Eskola, E. Uribe-Lam, L. Melo-Máximo, D. Melo-Máximo, F. Estrada-Martínez y C. Hernández-Hernández

- 1) Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México, Av. Lago de Guadalupe KM 3.5, Margarita Maza de Juárez, 52929 Cd López Mateos, Mx
- 2) Instituto Tecnológico de Tlalnepantla, Av. Instituto Tecnológico 5/n, La comunidad, 54070, Tlalnepantla de Baz, México

1.-INTRODUCCIÓN

PVD-RMS

Es una técnica asistida por plasma que permite producir películas delgadas con propiedades atractivas para distintas aplicaciones en la ingeniería [1].



Los recubrimientos obtenidos por PVD permiten la **modificación de parámetros** de deposición con el objetivo de controlar las propiedades (densidad, morfología y composición) de las películas delgadas y usarlas en diferentes aplicaciones. [2]

2.-OBJETIVOS

Sintetizar y caracterizar películas delgadas nanoestructuradas de Ti/TiO₂ desarrolladas mediante el método PVD-RMS con la finalidad de encontrar parámetros idóneos para lograr películas bien adheridas al sustrato.

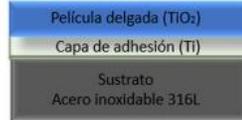
3.- METODOLOGÍA



4.-DESARROLLO EXPERIMENTAL

Pulido espejo, mezcla de Ar 20 SCCM, tiempo de deposición 2.5 min de capa de adhesión y 30 min de película de óxido de titanio.

Arquitectura de la película



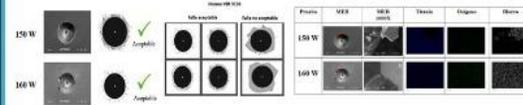
Parámetros variables en la deposición de películas delgadas de Ti/TiO₂

Variable	Valores	
Potencia [W]	150	100
Modo de alimentación de oxígeno	Constante	Graduado
Temperatura del sustrato (°C)	25	200

5.-RESULTADOS

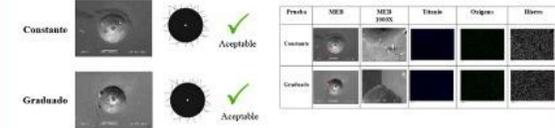
Efecto de la potencia

Prueba	Superficie	EDS	Espesor de la película	AFM	
150 W			-293nm	(5x) 0.0181 µm	Superficie: Topología uniforme y una apariencia superficial homogénea
160 W			-417nm	(5x) 0.0093 µm	Mayor potencia, el espesor se incrementa Menor potencia, mayor rugosidad



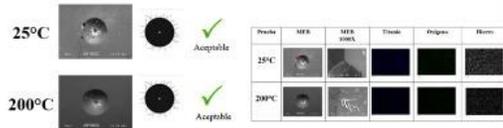
Efecto del modo de alimentación de oxígeno

Prueba	Superficie	EDS	Espesor de la película	AFM	
CONSTANTE			-447nm	(5x) 0.0093 µm	Superficie: Topología uniforme sin fracturas
GRADUADO			-427nm	(5x) 0.0093 µm	Modo constante: espesor mayor Modo constante: rugosidad menor



Efecto de la temperatura

Prueba	Superficie	EDS	Espesor de la película	AFM	
25°C			-447nm	(5x) 0.0093 µm	Superficie: Topología uniforme
200°C			-376nm	(5x) 0.0093 µm	Mayor temperatura: espesor disminuye Mayor temperatura: rugosidad dominante



6.-CONCLUSIONES PRELIMINARES

- Con los parámetros utilizados se observa adhesión aceptable
- La película delgada de Ti/TiO₂ producida a 160 W presentó mejor desempeño
- Modo de alimentación constante disminuye los esfuerzos residuales
- Con temperatura altas no se visualiza ningún tipo de delaminación alrededor de la huella.

7.-REFERENCIAS

[1] D. M. Mattox, Atomic Film Growth and Some Growth-Related Film Properties, 2010.
 [2] R. Uribe, O. Salas, D. V. Melo-Máximo, P. E. Hernández-Durán, J. Osquiza, and R. D. Torres, "Evolution of PVD Al oxide coatings in carbonic atmosphere at high temperature," *Surf. Coating Technol.*, vol. 384, pp. 1-8, 2015, doi: 10.1016/j.surfco.2015.07.063.

VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología



Estimado: Romi Yainel Farinango Eskola

Número de Resumen: PEL-TRIB-32

En nombre de la Red Temática de Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), Tribobr y la Asociación Argentina de Tribología nos complace de confirmar que su trabajo titulado: *“Efecto de los parámetros de deposición en las películas delgadas de Ti/TiO₂ en acero 316L mediante PVD .”*.

De: R.Farinango, E. Uribe, L. Melo,D.Melo, F.Estrada y C. Hernandez

Fue presentado en modalidad Póster en el VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022, el cual se llevó a cabo de manera virtual del 6 al 11 de noviembre de 2022.

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña
Presidente REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude
Secretario Tribobr

Dr. Germán Prieto
SecretarioAAT

**VIII Simposio Nacional y 1^{era}
Reunión Latinoamericana de
Ingeniería de Superficies y
Tribología**



Estimado: **Axel Cano López**

Número de Resumen: **90**

En nombre de la Red Temática CONACYT en Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), Tribobr y la Asociación Argentina de Tribología nos complace informarle que su trabajo titulado: “**Nanocables de óxido de zinc: crecimiento vs tiempo**”.

De: **A. Cano-López, C. Hernández, F. Estrada, J. E. Ortega-Valencia, L. Melo-Máximo, D. V. Melo-Máximo**

Tópico: **NCOM.**

Ha sido **ACEPTADO** para su presentación en la modalidad **PÓSTER** dentro del VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022, el cual se llevará a cabo de manera virtual del 6 al 11 de noviembre de 2022.

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña
Presidente
REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude
Secretario
Tribobr

Dr. Germán Prieto
Secretario
AAT

Nanocables de óxido de zinc: crecimiento vs tiempo.

A. Cano-López¹, C. Hernández¹, F. Estrada¹, J. E. Ortega-Valencia¹, L. Melo-Máximo¹ y D. V. Melo-Máximo².

1. Tecnológico Nacional de México-Instituto Tecnológico de Tlalnepantla

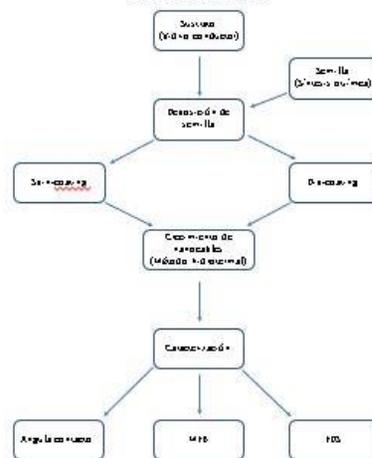
2. Tecnológico de Monterrey, Escuela de Ingeniería y Ciencias, Estado de México

Introducción.

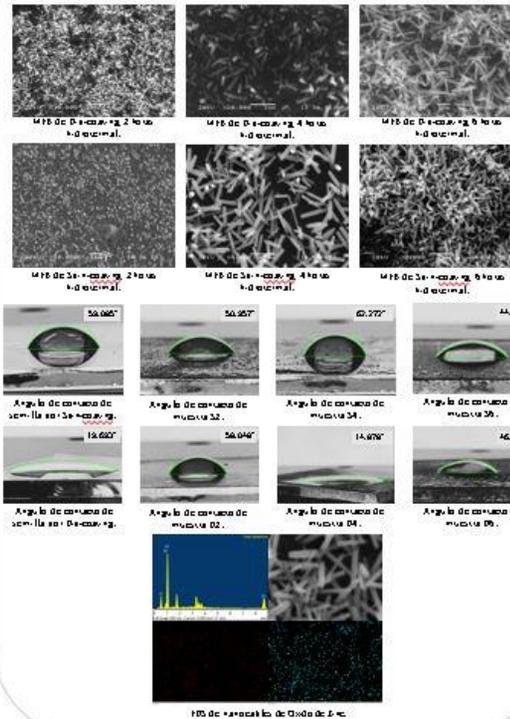
Dentro de la nanotecnología la forma, tamaño y funcionalización de los materiales son temas de interés, ya que impacta de manera significativa en las propiedades de los materiales [1].

El óxido de zinc es uno de los materiales con gran potencial por sus aplicaciones en el desarrollo de materiales permeables, transistores, sensores y diodos laser UV, gracias a sus propiedades conductoras, hidrofóbicas e hidrofílicas [2].

Metodología.



Resultados.



Conclusiones.

Los resultados obtenidos en las 6 muestras presentan un crecimiento notorio de nanocables en relación al tiempo. Los ángulos de contacto muestran valores variados; ninguna presenta propiedades hidrofóbicas, pero si hidrofílicas. Se eligió vidrio conductor para mejorar las imágenes de microscopía electrónica de barrido, sin embargo, presento interferencias.

Agradecimientos.

A Tecnológico nacional de México campus Tlalnepantla por la oportunidad de la maestría, a Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey campus Estado de México por el espacio brindado de laboratorio, así mismo a CONACYT por la beca nacional otorgada.

Referencias.

- [1] E. L. Wolf, *Nanophysics and Nanotechnology: An Introduction to Modern Concepts in Nanoscience*, Wiley, 2015.
- [2] D. K. M. S. M. J. y A. H. Deepak Prasad Subedi, «Study of the wettability of ZnO nanofilms,» *International Nano Letters*, vol. 2, p. 1, 2012.

VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología



Estimado: Axel Cano López

Número de Resumen: NCOM-90

En nombre de la Red Temática de Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), Tribobr y la Asociación Argentina de Tribología nos complace de confirmar que su trabajo titulado: “*Nanocables de óxido de zinc: crecimiento vs tiempo*”.

De: A. Cano-López, C. Hernández, F. Estrada, J. E. Ortega-Valencia, L. Melo-Máximo, D. V. Melo-Máximo

Fue presentado en modalidad Póster en el VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022, el cual se llevó a cabo de manera virtual del 6 al 11 de noviembre de 2022.

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña
Presidente REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude
Secretario Tribobr

Dr. Germán Prieto
Secretario AAT

VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología



Estimado: Fortino Fabián Estrada MARTÍNEZ

Número de Resumen: 47

En nombre de la Red Temática CONACYT en Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), TriboBr y la Asociación Argentina de Tribología nos complace informarle que su trabajo titulado: "Evaluación del desgaste de un recubierto de Ti/TiN sobre un sustrato Ti6Al4V por medio de un pin polimérico."

De: F. F. Estrada-Martínez, C. M. Hernandez-Hernandez, L. Melo-Máximo, D. V. Melo-Máximo, R. C. Vega-Morón, E. Uribe-Lam, E. O. Ávila-Davila

Tópico: PEL-TRIB.

Ha sido ACEPTADO para su presentación en la modalidad PÓSTER dentro del VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022, el cual se llevará a cabo de manera virtual del 6 al 11 de noviembre de 2022.

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña
Presidente
REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude
Secretario
TriboBR

Dr. Germán Prieto
Secretario
AAT

Evaluación del desgaste de un recubrimiento de Ti/TiN sobre sustrato de Ti6Al4V por medio de un pin polimérico

F. F. Estrada-Martínez, 1*, C. M. Hernández Hernández 1*, L. Melo-Máximo 1*, D. V. Melo-Máximo 2*, R. C. Vega-Morón 1*, E. Uribe-Lam 3*, E. O. Ávila-Davila 4*
 1: TecNM-Instituto Tecnológico de Tlalnepanla, 2: Tecnológico de Monterrey-Estado de México 3. Tecnológico de Monterrey-Queretaro, 4. TECNM Campus Pachuca
 ffabian_ffem@hotmail.com *

I. INTRODUCCIÓN

La mejora de las propiedades mecánicas, químicas, físicas y morfológicas a fin de generar protección sobre superficies se puede lograr mediante distintas técnicas, un ejemplo de ellas es el es el Depósito Físico fase Vapor (PVD). Mediante esta técnica se obtienen películas delgadas con buena adherencia al sustrato como el Ti/TiN, estos recubrimientos son biocompatibles y en conjunto con algunas aleaciones ofrecen un incremento en las propiedades tribológicas y resistentes a la corrosión volviéndolos candidatos para su uso en implantes biomédicos.

II. DESARROLLO EXPERIMENTAL

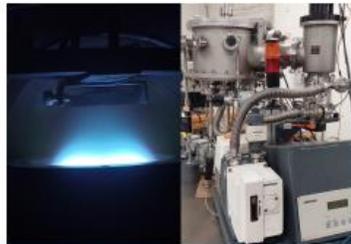


Fig. 1. Proceso de PVD

III. RESULTADOS

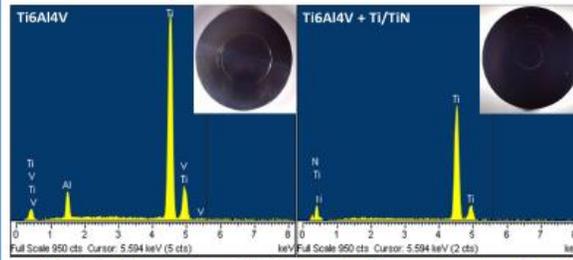


Fig. 2. Análisis de dispersión de energía del sustrato antes y después del recubrimiento (Ti/TiN).

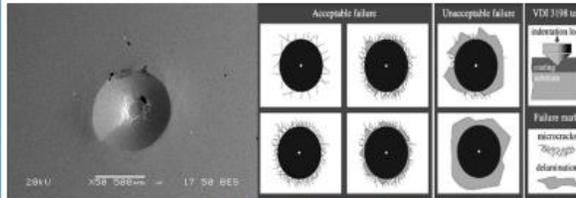


Fig. 3. Ensayo de adhesión.

III. CONCLUSIONES

Las películas delgadas de Ti/TiN (por PVD) presenta buena adherencia al sustrato, ya que se observan fallas aceptables tomando como referencia los mapas mostrados en la norma VDI3198. Los recubrimientos presentan una mejora en las propiedades tribológicas de la aleación Ti6Al4V disminuyendo el desgaste por fricción en vía húmeda. El pin de UHMW irradiado presenta un menor desgaste en el utilizado en el sustrato recubierto.

V. REFERENCIAS

1. D. D. Manivasagam*, "Biomedical Implants: Corrosion and its Prevention - A Review." Resent Patents on corrosion science, vol. 2, pp. 40-54, 2010.
2. B. W. Ghulam Moeen Uddin, "Experimental investigation of tribo-mechanical and chemical properties of TiN PVD coating on titanium substrate for biomedical implants manufacturing." The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, vol. 102, pp. 1391-1404, 2019.
4. A. Vidakis, «The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds.» pp. 481-485, 2003.
5. YH Cheng, «Mechanical and tribological properties of TiN/Ti multilayer coating.» Surface and Coatings: Technology, vol. 205, n° 1, pp. 146-151, 2010.

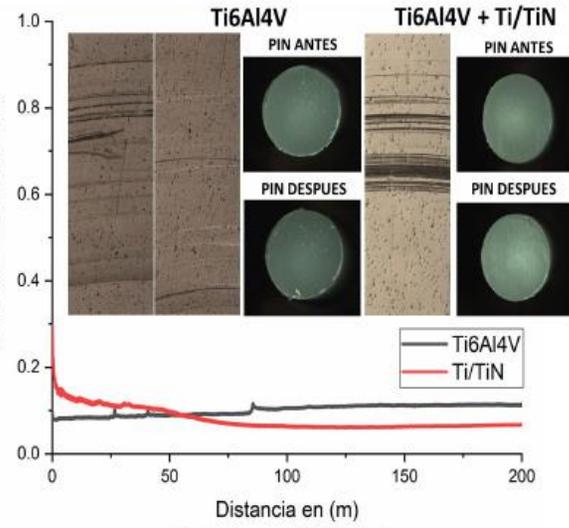


Fig. 4. Ensayo de tribología.

IV. AGRADECIMIENTOS

A la REDISYT por el espacio para presentar este trabajo de investigación, al laboratorio de ingeniería de superficies del Tecnológico de Monterrey. Al TECNM-ITTLA área de posgrado. Al fondo para la investigación de Mujeres Científicas-COMECYT EDOMEX, con el proyecto FICITEM-2021-01 por el financiamiento y a CONACYT.



**VIII Simposio Nacional y 1^{era}
Reunión Latinoamericana de
Ingeniería de Superficies y
Tribología**



Estimado: **Fortino Fabián Estrada Martínez**

Número de Resumen: **PEL-TRIB-47**

En nombre de la Red Temática de Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), Tribobr y la Asociación Argentina de Tribología nos complace de confirmar que su trabajo titulado: *“Evaluación del desgaste de un recubierto de Ti/TiN sobre un sustrato Ti6Al4V por medio de un pin polimérico.”*.

De: **F. F. Estrada-Martínez, C. M. Hernandez-Hernandez, L. Melo-Máximo, D. V. Melo-Máximo, R. C. Vega-Morón, E. Uribe-Lam, E. O. Ávila-Davila**

Fue presentado en modalidad Póster en el VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022, el cual se llevó a cabo de manera virtual del 6 al 11 de noviembre de 2022.

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña
Presidente REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude
Secretario Tribobr

Dr. Germán Prieto
Secretario AAT



ANÁLISIS TRIBOLÓGICO DE RECUBRIMIENTO DE TiN SOBRE ACERO PARA SU POSIBLE APLICACIÓN COMO PRÓTESIS DE CODO

Y. Cabrera Rosas 1*, L. Melo Máximo 1*, D. V. Melo Máximo 2*, C. M. Hernández Hernández 1*, F. F. Estrada Martínez 1*, R. Rojas Roblero 1*. 1* TECN - Instituto Tecnológico de Tlalnepantla. División de Estudios de Posgrado e Investigación. 2* Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México.

1. INTRODUCCIÓN

El estudio de la biomecánica del codo ha permitido que los investigadores desarrollen reemplazos articulares, y a la ingeniería de superficies a través de deposición física de vapor (PVD) por medio de la técnica Magnetron Sputtering, generar películas delgadas capaces de recubrir dichas prótesis y mejorar su desempeño y vida útil; dicha técnica consta de transportar electrones ionizados hacia el sustrato para recubrirlo y así generar la película delgada con las mejores variables para mantener óptimas propiedades mecánicas, las cuales son estudiadas y analizadas por medio de una caracterización microestructural, mecánica y tribológica para garantizar que el paciente evite reingresar al hospital.

2. DESARROLLO



Se depositaron películas Ti/TiN sobre sustratos de acero inoxidable AISI 316L a través de la técnica Magnetron Sputtering. Ver figura 1. Las muestras se caracterizaron mediante Microscopía Óptica, Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), adhesión y tribología.

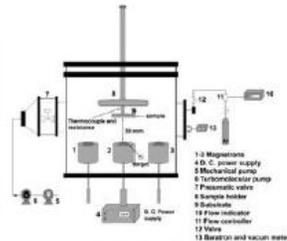


Figura 1. Proceso PVD y componentes de un reactor.

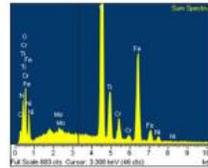


Figura 2. Sustratos de acero inoxidable 316L después de ser depositados con Ti/TiN por PVD.

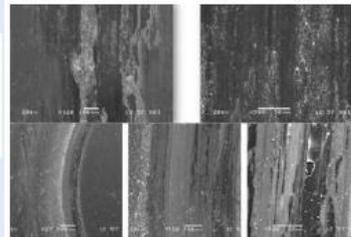


Figura 4. Comportamiento tribológico, parte superior vía húmeda e inferior vía seca.

No existe una diferencia importante entre el COF del sustrato recubierto y no en vía seca, pues en el gráfico tienen una carrera y e incremento paralelo. Mientras que el sustrato pulido sometido a la prueba en vía húmeda tuvo un comportamiento perpendicular a partir de los 120 m e incrementó su COF después de esta distancia. Gráfica 1.

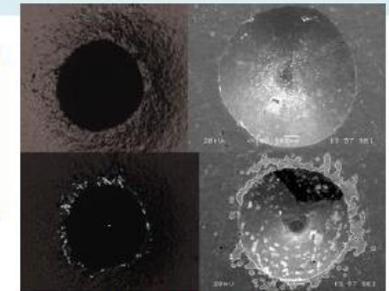
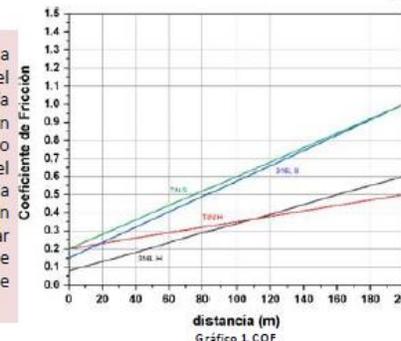


Figura 3. Prueba Norma VDI 3198.

3. CONCLUSIONES

El proceso de deposición fue realizado con éxito en cada una de las muestras, obteniendo una película de Nitruro de Titanio homogénea. La caracterización estructural, mecánica y tribológica arrojaron un recubrimiento con aceptable falla, escasa delaminación sobre los bordes de la indentación al ser sometida a carga basados en la norma VDI 3198, teniendo una aceptable adhesión, mientras que su comportamiento tribológico fue el esperado, al tener un menor COF (coeficiente de fricción) en vía húmeda y en una carrera de 200 m a diferencia del sustrato sin recubrir y en vía seca.

5. REFERENCIAS

A. Baptista, F. J. G. Silva, J. Porteiro, J. L. Miguez, G. Pinto and L. Fernandes, "On the Physical Vapour Deposition (PVD): Evolution of Magnetron Sputtering Processes for Industrial Applications," Procedia Manufacturing, vol. 17, pp. 746-757, 2018.

M. A. Domínguez-Crespo, A. M. Torres-Huerta, E. Rodríguez, A. González-Hernández, S. B. Brachetti-Sibaja, H. J. Dorantes-Rosales et al., "Effect of deposition parameters on structural, mechanical and electrochemical properties in Ti/TiN thin films on AISI 316L substrates produced by r. f. magnetron sputtering," Journal of Alloys and Compounds, vol. 746, pp. 688-698, 2018.

J. Acosta, A. Rojo, O. Salas, J. Oseguera, Process monitoring during AlN deposition by reactive magnetron sputtering, Surface & Coatings technology 201 (2007) 7992-7999

4. AGRADECIMIENTOS

Al TecNM/ITLA por la oportunidad para realizar esta investigación, al Laboratorio de ingeniería de Superficies en el Tecnológico de Estudios Superiores Campus Estado de México por las facilidades otorgadas. Al COMECYT-FICTEM-2021-038 por el financiamiento a este proyecto, así como al CONACYT por la beca Nacional otorgada.

**VIII Simposio Nacional y 1^{era}
Reunión Latinoamericana de
Ingeniería de Superficies y
Tribología**



Estimado: **Yazmin Cabrera Rosas**
Número de Resumen: **TRIB-PEL-94**

En nombre de la Red Temática de Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), Tribobr y la Asociación Argentina de Tribología nos complace de confirmar que su trabajo titulado: *“Análisis tribológico de recubrimientos de TiN sobre acero para su posible aplicación como prótesis de codo.”*.

De: Yazmin Cabrera Rosas, Lizbeth Melo Máximo, Dulce Viridiana Melo Máximo, Celia Massiel Hernández Hernández, Fortino Fabian Estrada Martínez, Rodrigo Rojas Roblero

Fue presentado en modalidad Póster en el VIII Simposio Nacional y 1^{era} Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2022, el cual se llevó a cabo de manera virtual del 6 al 11 de noviembre de 2022.

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña
Presidente REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude
Secretario Tribobr

Dr. Germán Prieto
Secretario AAT

Se elaboró un prototipo de bajo costo para la elaboración del proceso de spin-coating. El equipo cuenta con una velocidad variable de 0-10,000 revoluciones por minuto, un display que proporciona la de tasa porcentual, la tabla 7 muestra las piezas utilizadas.



Ilustración 6 Equipo de spin-coating de bajo costo elaborado en el laboratorio de ingeniería de superficies del Instituto Tecnológico de Monterrey campus Estado de México.

Tabla 7 Piezas del equipo de spin-coating.

Pieza	Nombre	Descripción
	Motor	Micro motor eléctrico tipo D de alta velocidad. Voltaje de 12V, velocidad de 10,000 rpm, con un peso de 350 gr.
	Display	Regulador de velocidad ajustable interruptor de arranque adaptable a 12V, corriente se salida 0A-30A. Pantalla LED de tasa porcentual.
	Cable de alimentación	Adaptador de fuente de alimentación, conector de barril, de 100V-240V entrada y 24V de salida.
	Caja-base	Caja electrónica de plástico/metal 9.8x7.5x4.3 pulgadas, 4 patas de caja, tornillos.
	Cámara	Base y tapa de plástico.
	Base porta-muestras	Base circular de plástico PLA (impresión 3D) de 1.92 pulgadas de diámetro, 0.13 de espesor y 0.7 altura.