

Universidad Nacional de Ingeniería

Facultad de Ciencias



TESIS

**Obtención y caracterización de compósitos de poliéster con nanopartículas de ZnO
(PES-NPs-ZnO) para aplicaciones antimicrobianas**

Para obtener el Título Profesional de Ingeniero Físico

Elaborado por

Alexander Fabian Gamez Taco

0000-0003-1457-9095

Asesora

Dra. Mónica Marcela Gómez León

0000-0003-0990-0593

LIMA – PERÚ

2024

Citar	Gamez Taco [1]
Referencia	[1] A. Gamez Taco, " <i>Obtención y caracterización de compósitos de poliéster con nanopartículas de ZnO (PES-NPs-ZnO) para aplicaciones antimicrobianas</i> " [Tesis de pregrado]. Lima (Perú): Universidad Nacional de Ingeniería, 2024.
Estilo: IEEE (2020)	

Citar	(Gamez, 2024)
Referencia	Gamez A. (2024). <i>Obtención y caracterización de compósitos de poliéster con nanopartículas de ZnO (PES-NPs-ZnO) para aplicaciones antimicrobianas</i> [Tesis de pregrado, Universidad Nacional de Ingeniería]. Repositorio institucional Cybertesis UNI.
Estilo: APA (7ma ed.)	

Dedicatoria

A Dios y a mis padres, quienes han sido mi refugio en los momentos más difíciles; su apoyo y comprensión permitieron que pueda concluir con éxito esta etapa. A todos aquellos que me acompañaron en este apasionante viaje científico, gracias. Esta tesis es fruto de la valiosa contribución de cada uno de ustedes.

Agradecimientos

Agradezco a la Dra. Mónica Gómez por su asesoramiento durante el desarrollo de esta tesis y por su apoyo en una pasantía a México, la cual me permitió obtener caracterizaciones que no hubieran sido posible realizar en el Perú. Su experiencia y orientación fueron fundamentales para guiar cada paso de este trabajo.

Al Dr. José Solís por permitirme trabajar en su laboratorio y ser parte de su grupo de investigación. Su apoyo fue fundamental para el desarrollo de esta tesis.

Al Dr. Francisco Paraguay por su generosa hospitalidad y brindarme la oportunidad de realizar una estancia en su laboratorio en México.

A la Dra. Karina Nava por su invaluable ayuda en la redacción de esta tesis y por su disposición permanente para absolver las dudas que surgieron durante el proceso. Su apoyo ha sido fundamental para concretar este trabajo.

A mis compañeros de trabajo, Walter Poma, Cleny Villalva y Esmeralda Román por su invaluable apoyo durante el desarrollo de esta tesis. Ellos orientaron mis inicios en el laboratorio, lo cual fue fundamental para el desarrollo de este trabajo.

A la Dirección de Gestión de la Investigación de la Universidad Nacional de Ingeniería (DIGI-UNI) por la financiación del Proyecto FORMATIVA 2022-UNI el cual me otorgó una subvención, materiales y una pasantía en el Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV) en Chihuahua (México).

Al Consejo Nacional de Ciencia, Tecnología e Innovación (CONCYTEC) por medio del Contrato N° PE5010796998-2022-PROCIENCIA del que fui parte del equipo técnico.

Resumen

En esta tesis se describe la obtención y caracterización de compósitos antimicrobianos, a base de poliéster (PES) y nanopartículas de óxido de zinc (NPs-ZnO). Las NPs fueron sintetizadas usando nitrato de zinc hexahidratado ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) e hidróxido de sodio (NaOH). La funcionalización *in situ* de PES con NPs-ZnO fue realizada por el método de agotamiento, variando el porcentaje en masa de 0,5 % a 30 % de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con respecto a la masa de PES y un 20 % de exceso estequiométrico de NaOH. Los compósitos fueron caracterizados por difracción de rayos X (DRX), difracción de electrones de área selecta (SAED), espectroscopía de dispersión de energía (EDS), espectroscopía de absorción atómica (AAS), espectroscopía de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES), microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (SEM), microscopía electrónica de transmisión (TEM) y análisis termogravimétrico (TGA). Asimismo, fueron evaluadas las propiedades físicas, el factor de protección ultravioleta (UPF), la resistencia al lavado y las propiedades antimicrobianas (AATCC 147-2004). Los resultados evidenciaron la funcionalización de PES con NPs-ZnO con estructura tipo wurtzita. Los análisis elementales y TGA revelaron una distribución no homogénea del ZnO sobre el PES. Las micrografías SEM y TEM mostraron aglomerados ovoidales constituidos por NPs-ZnO con morfología irregular. Además, se observó que la funcionalización con NPs-ZnO mejora el UPF del PES, incluso después de 5 lavados. Finalmente, los compósitos obtenidos a partir de 6 % y 10% masa de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ inhibieron el crecimiento bacteriano de *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus*, antes y después de los lavados.

Palabras clave – óxido de zinc, poliéster, funcionalización, compósito, antimicrobiano.

Abstract

This thesis describes the obtaining and characterizing antimicrobial composites based on polyester (PES) and zinc oxide nanoparticles (NPs-ZnO). The NPs were synthesized using zinc nitrate hexahydrate ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) and sodium hydroxide (NaOH). The *in situ* functionalization of PES with NPs-ZnO was carried out by the exhaust dyeing method, with the mass percentage varying from 0.5% to 30% of $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ concerning the mass of PES and 20% of stoichiometric excess of NaOH. The composites were characterized by X-ray diffraction (XRD), selected area electron diffraction (SAED), energy-dispersive spectroscopy (EDS), atomic absorption spectroscopy (AAS), inductively coupled plasma optical emission spectroscopy (ICP-OES), optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), and thermogravimetric analysis (TGA). Likewise, the physical properties, ultraviolet protection factor (UPF), washing resistance, and antimicrobial properties (AATCC 147-2004) were evaluated. The results evidenced the functionalization of PES with NPs-ZnO with a wurtzite-type structure. Elemental and TGA analyzes revealed a non-homogeneous distribution of ZnO over the PES. The SEM and TEM micrographs showed agglomerates consisting of NPs-ZnO with irregular morphology. Furthermore, it was observed that functionalization with NPs-ZnO improves the UPF of PES, even after five washes. Finally, the composites obtained from 6% and 10% mass of $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ inhibited the bacterial growth of *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*, before and after washing.

Keywords – zinc oxide, polyester, functionalization, composite, antimicrobial.

Prefacio

Desde la Universidad Nacional de Ingeniería, se viene trabajando de forma multidisciplinaria en el desarrollo de nuevos materiales que puedan ser empleados en procesos industriales, específicamente en campo textil, mediante la obtención de materiales compósitos con nanopartículas de óxidos semiconductores con muy buenas propiedades antimicrobianas y de protección a la radiación UV. Así lo demuestran las tesis de título profesional presentadas en la Facultad de Ingeniería Química y Textil,¹ en la Facultad de Ciencias² y en la Escuela de Posgrado.³ Además, de los artículos científicos publicados a nivel internacional en los últimos años.⁴

La presente tesis se encuentra enmarcada en el esfuerzo de contribuir con el diseño, obtención y caracterización de nuevos materiales compósitos con promisorias aplicaciones. Es importante señalar que esta tesis es la primera en abordar el trabajo con matrices poliméricas sintéticas, como lo es el poliéster (PES), para que al ser funcionalizadas obtengan propiedades antimicrobianas.

Este trabajo se ha desarrollado en el Grupo de Investigación de Materiales Funcionales, Energías Renovables y Eficiencia Energética (MAFERE), de la Facultad de Ciencias de la UNI en cooperación con el Centro de Investigación de Materiales Avanzados (CIMAV) de Chihuahua en México.

¹ Amézquita, 2016; L. Román, 2014; Villalva, 2021.

² Poma, 2022.

³ L. Román, 2023.

⁴ L. Román *et al.*, 2016, L. Román *et al.* 2019, L. Román *et al.* 2020.

Tabla de Contenido

	Pág.
Resumen	v
Abstract	vi
Introducción.....	xviii
Capítulo I. Parte introductoria del trabajo	1
1.1. Antecedentes.....	1
1.2. Planteamiento del problema	6
1.3. Hipótesis.....	6
1.4. Justificación	6
1.5. Objetivos	7
1.5.1. Objetivo general.....	7
1.5.2. Objetivos específicos.....	7
Capítulo II. Marco teórico.....	8
2.1. Nanomateriales	8
2.1.1. Tipos de nanomateriales.....	8
2.1.2. Propiedades de los nanomateriales	11
2.2. Nanopartículas de ZnO.....	13
2.2.1. Estructura y propiedades del ZnO.....	13
2.2.2. Síntesis de nanopartículas de ZnO	16
2.2.3. Actividad antibacteriana del ZnO.....	17
2.3. Fibra de poliéster (PES).....	20
2.4. Obtención de compósitos de poliéster con nanopartículas de ZnO (PES-NPs-ZnO)	25

Capítulo III. Procedimiento experimental.....	28
3.1. Obtención de los compósitos PES-NPs-ZnO.....	28
3.2. Caracterización de los compósitos PES-NPs-ZnO.....	31
3.2.1. Difracción de rayos X (DRX)	31
3.2.2. Difracción de electrones de área selecta (SAED).....	35
3.2.3. Espectroscopía de dispersión de energía (EDS).....	37
3.2.4. Espectroscopía de absorción atómica (AAS)	39
3.2.5. Microscopía óptica (MO)	41
3.2.6. Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	43
3.2.7. Microscopía electrónica de transmisión (TEM).....	47
3.2.8. Análisis termogravimétrico (TGA).....	49
3.2.9. Propiedades físicas.....	51
3.2.10. Espectroscopía de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)	52
3.2.11. Determinación del factor de protección ultravioleta (UPF).....	54
3.3. Resistencia al lavado.....	56
3.4. Actividad antibacteriana.....	57
Capítulo IV. Resultados y discusiones	58
4.1. Caracterización estructural y elemental	58
4.1.1. Espectroscopía de absorción atómica (AAS)	58
4.1.2. Difracción de rayos X (DRX)	60
4.1.3. Difracción de electrones de área selecta (SAED).....	62
4.1.4. Espectroscopía de dispersión de energía (EDS).....	62
4.2. Caracterización morfológica	65
4.3. Análisis termogravimétrico (TGA)	69
4.4. Caracterización física	72
4.5. Resistencia al lavado.....	74

4.5.1. Espectroscopía de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)..	74
4.5.2. Factor de protección ultravioleta (UPF).....	75
4.6. Actividad antibacteriana.....	77
Conclusiones	78
Referencias bibliográficas.....	81
Anexos	1
Anexo 1: Figuras complementarias.....	2
Anexo 2: Pruebas de fotocatalisis	3

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 2.1: Posibles reacciones de formación de óxido de zinc bajo diferentes concentraciones de $(OH)^-$	17
Tabla 3.1: Compósitos de PES-NPs-ZnO obtenidos, se muestran las cantidades de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ y de NaOH usadas en la funcionalización de 10 g de PES	30
Tabla 4.1: Contenido de Zn determinado por AAS y concentración calculada de ZnO para los compósitos PES-NPs-ZnO	59
Tabla 4.2: Masa residual determinada y calculada a partir de los resultados del TGA para algunos compósitos PES-NPs-ZnO	71
Tabla 4.3: Caracterización de las propiedades físicas	73
Tabla 4.4: Gramaje del PES y algunos compósitos PES-NPs-ZnO.....	73
Tabla 4.5: Resistencia al desgarre según la norma ASTM D1424-09(2013) e1	74
Tabla 4.6: Pruebas de actividad antibacteriana de PES y algunos compósitos PES-NPs-ZnO, antes y después de 5 ciclos de lavado.....	77
Tabla A.1: Porcentaje de MB (azul de metileno) removido.....	5

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 2.1: Tipos de nanomateriales.....	9
Figura 2.2: Fotografías de suspensiones coloidales de nanoesferas y nanobarras de oro con distintas dimensiones e imágenes de TEM de las NPs. Todas las barras rojas de escala representan 100 nm.	12
Figura 2.3: Representación de las estructuras cristalinas del ZnO: (A) cúbica tipo roca de sal, (B) cúbica tipo blenda de zinc y (C) hexagonal tipo wurtzita.....	14
Figura 2.4: Esquema de mecanismos de actividad antibacteriana para las NPs-ZnO.....	19
Figura 2.5: Producción del monómero PET bit-(2-hidroxietil) tereftalato (BHET) a partir de ácido tereftálico (TA) y etilenglicol (EG).	21
Figura 2.6: Estructura cristalina del PET.....	22
Figura 3.1: Curva de funcionalización de PES con NPs-ZnO a partir de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ y NaOH por el método de agotamiento.....	29
Figura 3.2: Esquema del proceso de funcionalización de PES con NPs-ZnO.....	30
Figura 3.3: Representación del (a) fenómeno de difracción de rayos X y (b) teorema de Pitágoras.	32
Figura 3.4: Esquema de un difractómetro de rayos X.	34
Figura 3.5: Diagrama del haz incidente que permite la obtención del patrón de difracción SAED.....	36
Figura 3.6: Distintos tipos de muestras y el patrón de difracción característico que se obtiene para cada una de estas. (a) Muestra policristalina usada para calibración y (e) su patrón de anillos correspondiente. (b) Difracción de policristales no infinitos y (f) su patrón de anillos discontinuos. (c) Difracción de un solo cristal y su correspondiente (g) difracción de un monocristal. (d) Material amorfo y (h) sus respectivos puntos continuos en el espacio recíproco.....	37

Figura 3.7: Análisis EDS (A) Unión de electrones de nitrógeno y energías de rayos X. (B) Producción de rayos X característicos. (C) Esquema de emisión y detección de rayos X. (D) Espectro de rayos X. (E) Micrográficas de cada elemento.	39
Figura 3.8: Esquema de un espectrómetro de absorción atómica de llama.	40
Figura 3.9: Esquema del sistema óptico de un microscopio compuesto.....	42
Figura 3.10: Esquema de un microscopio con objetivo de corrección infinita.	42
Figura 3.11: Representación esquemática de un microscopio electrónico de barrido.	44
Figura 3.12: Representación de las diferentes interacciones entre el haz de electrones incidente.	45
Figura 3.13: Representación de un microscopio electrónico de transmisión.	48
Figura 3.14: Diagrama de un equipo de TGA Q500.	50
Figura 3.15: Zonas del compuesto PES-NPs-ZnO usadas para el TGA.....	51
Figura 3.16: Esquema de funcionamiento de un equipo ICP-OES.....	53
Figura 3.17: Esquema de un espectrofotómetro UV-Vis de doble haz.	56
Figura 4.1: Resultados de la cuantificación de Zn por AAS en el PES y los compósitos PES-NPs-ZnO.....	59
Figura 4.2: Patrones de DRX de PES y compósitos PES-NPs-ZnO obtenidos a partir de las concentraciones de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ y NaOH indicadas en la Tabla 3.1.	61
Figura 4.3: (a) Imagen TEM y (b) patrón SAED del PES-NPs-ZnO-6.....	62
Figura 4.4: Imágenes SEM y tabla de resultados del análisis elemental EDS del (a y b) PES y (c y d) PES-NPs-ZnO-6.....	63
Figura 4.5: Mapeo elemental por TEM-EDS de (a) PES y (b) PES-NPs-ZnO-6.	64
Figura 4.6: Imágenes fotográficas de PES y compósitos PES-NPs-ZnO.	65
Figura 4.7: Imágenes de microscopía óptica de PES y PES-NPs-ZnO-6 obtenidas con una magnificación de (a) 4x y (b) 10x.	67
Figura 4.8: Imágenes SEM de PES y PES-NPs-ZnO-6 obtenidas con una magnificación de (a) 150x y (b) 10kx.....	68

Figura 4.9: Micrografías (a) TEM, (b) STEM y (c) gráfica de distribución de tamaños de NPs en el compósito PES-NPs-ZnO-6.....	69
Figura 4.10: Análisis termogravimétrico para PES y compósitos de PES-NPs-ZnO obtenidos para diferentes cantidades de porcentaje de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, según se indica en la Tabla 3.1. El <i>inset</i> muestra el rango de temperaturas entre 500 °C y 750°C.	70
Figura 4.11: Análisis termogravimétrico para distintas zonas del compósito PES-NPs-ZnO-6, según se indica en la Figura 3.15. El <i>inset</i> muestra el rango de temperaturas entre 500 °C y 750 °C.	72
Figura 4.12: Cuantificación de Zn por espectroscopía ICP en PES y compósitos PES-NPs-ZnO, antes y después de 5 ciclos de lavado.	75
Figura 4.13: UPF de los compósitos PES-NPs-ZnO preparados a partir de distintas concentraciones de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, antes y después de 5 ciclos de lavado.	76
Figura A.1: Ejemplos de diferentes patrones de tejido. Los cuadrados blancos representan hilo de trama y los cuadrados negros representan hilo de urdimbre.	2
Figura A.2: Blanco de MB (azul de metileno) expuesto a radiación solar.	3
Figura A.3: PES con MB expuesto a la radiación solar.	4
Figura A.4: PES-NPs-ZnO-5 con MB expuesto a la radiación solar.	4
Figura A.5: PES-NPs-ZnO-10 con MB expuesto a la radiación solar.	5

Lista de Acrónimos

ac	acuoso
col	color
DRX	difracción de rayos X
EDS	espectroscopía de dispersión de energía (<i>energy dispersive spectroscopy</i>)
EG	etilenglicol
E_g	banda prohibida
I	Intensidad del camino de la muestra
ICDD	centro internacional de datos de difracción (<i>international centre for diffraction data</i>)
ICP	plasma de acoplamiento inductivo (<i>inductively coupled plasma</i>)
MB	azul de metileno (<i>methylene blue</i>)
min	minutos
MO	microscopía óptica
NPs	nanopartículas
NPs-ZnO	nanopartículas de ZnO
Nro.	número
OES	espectroscopía de emisión óptica (<i>optical emission spectroscopy</i>)
PES	poliéster
PES-NPs-ZnO	poliéster con nanopartículas de ZnO
PET	poli(tereftalato de etileno)
ROS	especies reactivas de oxígeno (<i>reactive oxygen species</i>)
rpm	revoluciones por minuto

SAED	difracción de electrones del área selecta (<i>selected area electron diffraction</i>)
SEM	microscopía electrónica de barrido (<i>scanning electron microscopy</i>)
SPF	factor de protección solar (<i>sun protection factor</i>)
<i>T</i>	transmitancia
TEM	microscopía electrónica de transmisión (<i>transmission electron microscope</i>)
TA	ácido tereftálico
<i>T_g</i>	temperatura de transición vítrea (<i>glass-transition temperature</i>)
TGA	análisis termogravimétrico (<i>thermogravimetric analysis</i>)
UPF	factor de protección ultravioleta (<i>ultraviolet protection factor</i>)
UV	ultravioleta
UVA	ultravioleta A (320 nm a 400 nm)
UVB	ultravioleta B (290 nm a 320 nm)
UVC	ultravioleta C (200 nm a 290 nm)
Vis	visible

Lista de Símbolos

\emptyset	diámetro
Δ	diferencia
E_{λ}	espectro eritemal
I_0	Intensidad del camino de referencia
θ	ángulo del haz de difracción
λ	longitud de onda
$^{\circ}$	grados
$^{\circ}\text{C}$	grados Celsius
α, β y γ	parámetros de red: ángulos interaxiales de la celda unitaria
a, b y c	parámetros de red: longitudes de las aristas de la celda unitaria
S_{λ}	irradiancia espectral solar
T_{λ}	transmitancia espectral del tejido

Introducción

El uso de nanopartículas de óxido de zinc para la funcionalización de poliéster permite la obtención de compósitos⁵ con propiedades antimicrobianas. Dada la amplia demanda de esta fibra sintética, es esencial emplear un método de funcionalización adaptable a la producción industrial de poliéster para aplicaciones antimicrobianas. Por lo tanto, el propósito de esta tesis es el estudio de compósitos obtenidos a base de poliéster y nanopartículas de óxido de zinc mediante el método de agotamiento, el cual es un proceso ampliamente usado en la industria textil.

La tesis está estructurada en cuatro capítulos. El Capítulo I aborda brevemente los antecedentes que contribuyeron al desarrollo de la tesis, así como la problemática, hipótesis y justificación que muestran el impacto y la motivación de la investigación. Los conceptos teóricos que facilitan al lector la comprensión de este trabajo de investigación son abordados en el Capítulo II. En el Capítulo III se presentan los procedimientos utilizados para obtención de los compósitos, se explica el fundamento de las técnicas de caracterización usadas, el procedimiento y las normas de la prueba de resistencia al lavado y de la prueba antimicrobiana. La caracterización morfológica, estructural, física y termogravimétrica de los compósitos obtenidos es estudiada y discutida en detalle en el Capítulo IV, donde también se reportan los resultados de los ensayos de resistencia al lavado y las evaluaciones antimicrobianas.

Además de presentar en detalle las conclusiones también se anexan resultados de evaluaciones preliminares del comportamiento fotocatalítico de algunos de los compósitos PES-NPs-ZnO obtenidos.

⁵ Combinación de dos o más componentes con propiedades distintas que al combinarse crean un material con características mejoradas o únicas en comparación con los componentes individuales.

Capítulo I. Parte introductoria del trabajo

En este capítulo se explican brevemente las investigaciones relacionadas con esta tesis que sirvieron como soporte para el desarrollo de este trabajo. Así como la problemática, hipótesis y justificación que revelan la importancia de esta primera investigación realizada con matrices poliméricas sintéticas.

1.1. Antecedentes

La innovación en la investigación y el desarrollo del crecimiento sostenible de la industria textil durante los últimos 60 años ha permitido obtener avances científicos y tecnológicos en este campo (Shishoo, 2012). El ensamble de materiales nanoestructurados sobre textiles ha sido una estrategia usada para mejorar protección a la radiación ultravioleta (UV) (Kathirvelu *et al.*, 2009), o conferir nuevas funciones tales como la propiedad antibacteriana (Lee *et al.*, 2003) y fotocatalítica (Montazer & Amiri, 2013). Por lo tanto, los textiles funcionalizados con nanoestructuras han mostrado posibles aplicaciones en medicina (W. Wang *et al.*, 2017), remediación ambiental (X. Liu *et al.*, 2015), protección solar (Syafiuddin, 2019), entre otros (Verbič *et al.*, 2019).

A nivel internacional

Existen diversos estudios a nivel internacional que describen la funcionalización del poliéster (PES) con nanopartículas de óxido de zinc (NPs-ZnO) por diversos métodos tanto *ex situ* como *in situ*. En una metodología *ex situ*, las NPs-ZnO son sintetizadas previamente y, en una segunda etapa, inmovilizadas sobre PES. En una funcionalización *in situ*, las NPs-ZnO son sintetizadas e inmovilizadas sobre PES en una sola etapa. A continuación, se presentan los trabajos internacionales más relevantes sobre la obtención de compósitos de PES con nanopartículas de ZnO (PES-NPs-ZnO).

Fiedot *et al.* (2017) realizaron un estudio de mallas quirúrgicas modificadas con ZnO mediante un método de depósito por baño químico a 50 °C, 70 °C o 90 °C. Los

resultados mostraron que el Zn(OH)_2 se convierte en ZnO con el aumento de la temperatura. Posteriormente, la sensibilidad antimicrobiana de los textiles funcionalizados fue evaluada en las bacterias *Staphylococcus aureus* y *Staphylococcus epidermidis* (Grampositivas), y *Escherichia coli* (Gramnegativa), así como el hongo *Candida albicans*. La malla modificada con ZnO producida a 90 °C presentó mayor actividad antimicrobiana frente a los cocos Grampositivos y el hongo. Lo cual fue atribuido a la generación de radicales libres sobre la superficie del ZnO cristalino.

Mirjalili *et al.* (2017) inmovilizaron NPs-ZnO sobre PES, obteniendo un tejido con propiedades antibacterianas y fotocatalíticas. El PES inmerso en soluciones acuosas con distintas concentraciones de acetato de zinc dihidratado ($\text{Zn(CH}_3\text{COO)}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (1, 2, 3, 4 y 5 % masa) e hidróxido de sodio (1, 2, 3 y 4 % masa) fue irradiado con ultrasonido a 65 °C por 45 min, para promover la dispersión homogénea de las NPs-ZnO sobre el PES. Después del secado a 60 °C por 30 min, las muestras fueron tratadas térmicamente a 130°C durante 4 min y, por último, lavadas con agua destilada. Los compósitos PES-NPs-ZnO fueron teñidos con una solución de colorante directo verde 6 (código de color: 30296) y se expusieron a la radiación solar. La muestra PES-NPs-ZnO obtenida con 5 % de acetato de zinc y 4 % de NaOH exhibió una diferencia de color (Δcol) aproximadamente de 40, indicando mayor capacidad de autolimpieza fotocatalítica que el PES ($\Delta\text{col}= 1-3$). Además, el compósito PES-NPs-ZnO (3 % acetato de zinc/4 % NaOH) presentó actividad antibacteriana frente a las bacterias *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus*, mientras que en las muestras tratadas con PES se observó crecimiento bacteriano.

Nourbakhsh *et al.* (2018) depositaron distintas concentraciones de NPs-ZnO sobre PES mediante dos métodos: pretratamiento del textil con NaOH, y el recubrimiento simultáneo de ZnO-NaOH. La microscopía electrónica de barrido (SEM) y la espectroscopía infrarroja del tejido de PES tratado con NaOH mostraron NPs-ZnO en la superficie del PES, y la posible formación de un enlace químico entre el textil y el ZnO, respectivamente. Al incrementar la concentración de ZnO en el textil funcionalizado

aumentó la longitud de flexión, el tiempo de adsorción de agua, el efecto antibacteriano y de autolimpieza. Respecto a la metodología de recubrimiento, se evidenció que la tela pretratada con NaOH exhibió mejor efecto bactericida y de autolimpieza. El estudio relevó la importancia de realizar un pretratamiento alcalino.

El PES también ha sido funcionalizado con nanovarillas de ZnO por método hidrotérmal para tener un material autolimpiante (Ashraf *et al.*, 2015). El tejido funcionalizado presentó alrededor de un 7 % p/p de ZnO como wurtzita monocristalina. El material mostró autolimpieza degradando completamente las manchas de colorantes azoicos y trifeniletileno por efecto fotocatalítico del ZnO en 24 h. El tejido soportó el uso repetitivo para la decoloración de la solución, pero su degradabilidad de las manchas disminuyó después de cada degradación. Además, el compuesto PES-NPs-ZnO mostró buena solidez al lavado y durabilidad al frote.

El tejido de PES también fue recubierto con NPs-ZnO dopadas con nitrógeno (ZnO:N) para evaluar su actividad fotocatalítica en la degradación de amaranto bajo luz solar (Sudrajat & Babel, 2016). Después de un lavado, la tela fue sumergida en una solución de NaOH 1M a 80 °C durante 2 h, se enjuagó y secó a 80 °C. Posteriormente, el tejido tratado con álcali fue irradiado con luz UVC y sumergido en 16 g/l de suspensión de ZnO:N previamente sonicada. Los resultados revelaron el recubrimiento homogéneo de NPs de ZnO:N sobre la superficie del PES. ZnO:N exhibió una notable respuesta espectral en las regiones UV, visible (Vis) e infrarroja, que se mantuvo después del recubrimiento. El compuesto PES-NPs-ZnO degradó el 99,2 % del amaranto bajo luz solar.

También se ha investigado el recubrimiento de NPs-ZnO derivadas de desechos de Zn sobre desechos de tejido de PES con el propósito de formar un nuevo sistema fotocatalítico. En la inmovilización de las NPs-ZnO en los desechos de tejido de PES se utilizó un método de unión por calor acuoso. El cual consistió en lavar y enjuagar con detergente y acetona la tela, sumergirla en una solución de NaOH 1M a 80 °C durante 5h, enjuagar y secar a 80 °C. Posteriormente, los desechos de tejido de PES se sumergieron

en una suspensión de ZnO a 80 °C durante 2 h con agitación, se secó también a 80 °C y se realizó un curado a 150 °C. Los resultados exhibieron excelente actividad fotocatalítica del nanocompósito⁶ para la descomposición del azul de metileno bajo luz ultravioleta (Sudrajat, 2018).

A nivel nacional

A nivel nacional se han realizado varios trabajos sobre la funcionalización de algodón con NPs de CuO_x y ZnO_x usando metodologías de teñido textil. Dichas investigaciones pertenecen al grupo de Materiales Funcionales, Energías Renovables y Eficiencia Energética (MAFERE) ubicado en la Facultad de Ciencias, en cooperación con la Facultad de Ingeniería Química y Textil de la Universidad Nacional de Ingeniería. A continuación, se presentan algunos de estos trabajos.

L. Román (2014) funcionalizó tejido de algodón con NPs de ZnO₂ por el método de impregnación sobre tejido seco. Las NPs de ZnO₂ fueron sintetizadas previamente por el método de sol-gel⁷ a partir de acetato de zinc dihidratado, Zn(CH₃COO)₂·2H₂O. El proceso de funcionalización consistió en pasar el tejido a través de la suspensión coloidal de NPs de ZnO₂ para luego ser presionado por los cilindros exprimidores de un Foulard a una presión de 4 bar. De acuerdo con los resultados, el proceso de funcionalización no afecta las propiedades físicas del algodón. Por otra parte, el compuesto obtenido exhibió propiedades antibacterianas frente a las cepas *Pseudomona aeruginosa* y *Escherichia coli*.

Otro estudio reportó la funcionalización *in situ* de algodón con NPs de CuO para aplicaciones antimicrobianas (Amézquita, 2016). La funcionalización se llevó a cabo por el método de agotamiento, variando los tiempos y parámetros para optimizar el proceso. De acuerdo con los resultados, los textiles funcionalizados con concentraciones de acetato de

⁶ Sólidos que contienen dos o más fases con al menos una de tamaño nanométrico (1 nm–100 nm).

⁷ El método sol-gel se utiliza para sintetizar materiales inorgánicos a través de la transformación de una solución coloidal (sol) en un material sólido (gel) mediante procesos de secado y calcinación.

cobre monohidratado, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, mayores a 0,4 % en peso inhibieron el crecimiento de *Escherichia coli*. De acuerdo con las pruebas de calidad ISO 105 C06 B1M (solidez al lavado doméstico), AATCC TM8:2013 (solidez al frote), AATCC TM15:2013 (solidez al sudor) e ISO105N01:1993 (solidez al blanqueo con hipoclorito) evidencian que el proceso de funcionalización no es agresivo para las fibras.

En 2021, Villalva estudió la actividad antimicrobiana de compósitos de algodón y NPs de CuO. La funcionalización *in situ* del tejido fue realizado por tres métodos: agotamiento, impregnación y agotamiento-impregnación. Independientemente del método, todos los compósitos obtenidos presentaron una reducción bacteriana del 99,9% frente a la cepa *Escherichia coli*. En particular, las muestras obtenidas por impregnación presentaron reducción bacteriana del 83 %, después de ser sometidas a una solución de sudor y veinticinco (25) ciclos de lavado.

L. Román (2023) también funcionalizó tejidos de algodón con NPs de CuO_x mediante el método de agotamiento para evaluar sus propiedades antimicrobianas. Los CuO_x se obtuvieron a partir de tres diferentes sales de cobre: acetato de cobre monohidratado ($\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), nitrato de cobre trihidratado ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) y sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Según el análisis elemental, el contenido de cobre en el compósito depende de la sal precursora. Las muestras preparadas a partir de acetato, nitrato y sulfato presentaron una concentración de 40, 32 y 27 % de cobre, respectivamente. Además, se determinó que la superficie de los compósitos posee una mezcla de CuO y Cu_2O , y existe un tipo interacción química entre el cobre y los grupos hidroxilos de la celulosa. Respecto a las pruebas microbiológicas, los resultados mostraron que los compósitos inhibieron en más de 99 % el crecimiento bacteriano de las cepas *Escherichia coli* y *Pseudomonas aeruginosa*, antes y después de veinticinco (25) ciclos de lavado.

1.2. Planteamiento del problema

Los textiles antimicrobianos se pueden encontrar en muchos campos, como hospitales para limitar la propagación de enfermedades y favorecer la cicatrización de heridas; también en prendas de vestir e incluso en textiles para la arquitectura (Gressier *et al.*, 2019). Ya se han desarrollado productos antimicrobianos comerciales, como las nanopartículas de plata y los compuestos de amonio cuaternario utilizados para los textiles antibacterianos. No obstante, estos agentes son ecotóxicos especialmente para la vida acuática con un efecto duradero (Boholm & Arvidsson, 2014; C. Zhang *et al.*, 2015). Por lo tanto, se necesita un nuevo agente como el ZnO para obtener textiles antimicrobianos que puedan sustituir a los actuales.

El PES es la fibra sintética con la mayor demanda en el mercado (>50 %) en la industria textil (Gressier *et al.*, 2019), utilizada para prendas de vestir, aplicaciones médicas y arquitectónicas. Se han descrito varias metodologías para la funcionalización de PES con NPs de ZnO para la obtención de compósitos multifuncionales con propiedades protección UV, fotocatalítica, antimicrobianas, etc. Sin embargo, ninguna de estas investigaciones ha utilizado un método de funcionalización que pueda ser empleado para producción industrial.

1.3. Hipótesis

Es posible fabricar un compósito a base de PES funcionalizado con NPs-ZnO por el método de agotamiento, que posea propiedad antimicrobiana y se mantenga luego de numerosos ciclos de lavado.

1.4. Justificación

El acabado antimicrobiano de los textiles protege a los usuarios de microorganismos patógenos o que generan olores, que pueden causar problemas médicos e higiénicos. Las NPs-ZnO imparten múltiples funciones a los materiales textiles, incrementando su demanda por los consumidores. Por lo tanto, es importante proponer

rutas que brinden la posibilidad de escalar industrialmente el acabado antimicrobiano en el PES.

En este trabajo se propone el recubrimiento de PES con NPs-ZnO sintetizadas *in situ*. El proceso propuesto permite la obtención del compuesto PES-NPs-ZnO con propiedades antimicrobianas y protección contra la radiación UV. Dado que la metodología de la síntesis influye en las propiedades del ZnO, como tamaño, forma, cristalinidad y morfología, es importante realizar la caracterización fisicoquímica del compuesto obtenido. Además, es importante determinar la influencia del método propuesto en la concentración y homogeneidad de impregnación del ZnO sobre el PES, la microestructura y resistencia al lavado, así como en las propiedades antimicrobianas del compuesto.

1.5. Objetivos

El objetivo general y los específicos de la tesis se presentan en esta sección.

1.5.1. Objetivo general

Obtener y caracterizar compósitos con acabado antimicrobiano a base de poliéster (PES) con nanopartículas de óxido de zinc (PES-NPs-ZnO) sintetizadas y crecidas *in situ* como una estrategia viable para un proceso de producción industrial.

1.5.2. Objetivos específicos

- Obtener compósitos de PES con distintas concentraciones de NPs-ZnO.
- Caracterizar la estructura, composición elemental, morfología, propiedades mecánicas y determinar el factor de protección UV de los compósitos de PES-NPs-ZnO.
- Estudiar la resistencia al lavado de los compósitos PES-NPs-ZnO.
- Evaluar la actividad antimicrobiana de los compósitos PES-NPs-ZnO.

Capítulo II. Marco teórico

En este capítulo se explica brevemente algunos conceptos teóricos necesarios para el desarrollo de la presente tesis.

2.1. Nanomateriales

Aunque se han descrito varias definiciones de nanomateriales, existe un consenso sobre que un nanomaterial es un material con dimensiones en la nanoescala, es decir, aproximadamente 1 nm-100 nm (Kreyling *et al.*, 2010). Los nanomateriales son muy diferentes de los materiales a granel en muchas características, como el tamaño, la forma, el área superficial y la reactividad. Los nanomateriales han permitido la creación de nuevos productos y dispositivos que han demostrado ser más eficientes que los materiales a granel convencionales (Hooch-Antink *et al.*, 2018; Kalambate *et al.*, 2019). Además, se han informado avances significativos en la síntesis de nanomateriales con un mayor control de tamaño, forma y propiedades, permitiendo un crecimiento en la variedad de materiales nuevos (Varanda *et al.*, 2019).

2.1.1. Tipos de nanomateriales

Los nanomateriales se pueden clasificar en función de varios criterios, y uno de ellos es el tipo de materiales que los componen. En función de la variedad de los materiales, se pueden clasificar en: nanomateriales a base de carbono, nanomateriales metálicos, nanomateriales a base de cerámica, nanomateriales poliméricos y nanomateriales derivados de biomoléculas (Sajid, 2022), como se ilustra en la Figura 2.1.

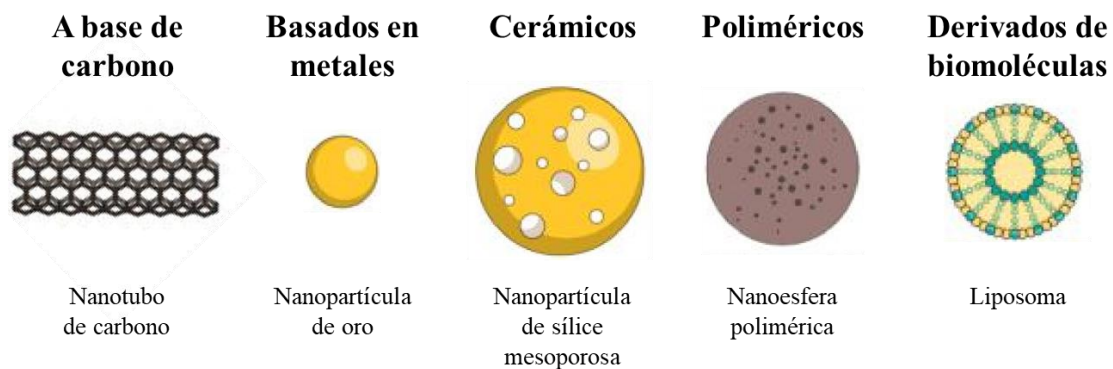
Nanomateriales a base de carbono

Debido a las excelentes características, los nanomateriales basados en carbono se han utilizado ampliamente en enormes aplicaciones. Los materiales más conocidos de esta categoría incluyen grafeno (Ghosal *et al.*, 2021; S. Singh *et al.*, 2022), puntos cuánticos de carbono (Sikiru *et al.*, 2023) y nanotubos de carbono (Sikiru *et al.*, 2023). En general, los

nanomateriales a base de carbono son reconocidos por su excelente conductividad eléctrica, alta resistencia mecánica, alta conductividad térmica, área de superficie extraordinariamente alta, excelentes propiedades fotoluminiscentes, alta transparencia y estabilidad estructural (Al-Jumaili *et al.*, 2017).

Figura 2.1

Tipos de nanomateriales.



Nota: Adaptado de (Das *et al.*, 2022).

Nanomateriales basados en metales

Los nanomateriales basados en metales se pueden clasificar en NPs metálicas, NPs de óxidos metálicos, NPs bimetálicas, trimetálicas y otras. Debido al tamaño reducido de las NPs, el área de superficie mejorada y la reactividad, algunas NPs metálicas, como el oro (Hammami *et al.*, 2021) y la plata (Pryshchepa *et al.*, 2020), exhiben propiedades ópticas, eléctricas y químicas extraordinarias en comparación con los materiales a granel. La forma y el tamaño de las NPs metálicas generalmente depende del procedimiento de síntesis. Curiosamente, las NPs metálicas muestran propiedades dependientes del tamaño y la forma, lo que lleva a muchas aplicaciones interesantes (Mody *et al.*, 2010).

Las NPs de óxidos metálicos son otro tipo de nanomateriales que se aplican ampliamente en diferentes dimensiones de investigación. Las NPs de óxidos metálicos más utilizadas incluyen Fe_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2 , CuO , SiO_2 , SnO_2 , entre otras (Alavi *et al.*, 2022; Śłosarczyk *et al.*, 2023). Las propiedades de las NPs de óxidos metálicos dependen de la nucleación, el crecimiento y el envejecimiento usados en el proceso de síntesis (Oskam,

2006). Las NPs de óxidos metálicos pueden modificarse con otros materiales, como polímeros (Fiedot *et al.*, 2017) y compuestos orgánicos (Kar *et al.*, 2019) para mejorar sus propiedades, centrándose en aplicaciones específicas.

Nanomateriales de base cerámica

Los materiales cerámicos se componen generalmente de alúmina, sílice, circonio, mullita y otras mezclas de óxidos, se sinterizan con frecuencia en una membrana cerámica a alta temperatura con una estructura asimétrica que consta de una capa de soporte, una capa intermedia y una capa superior (C. Li *et al.*, 2020). La estructura porosa a nanoescala evita que se degraden y desgranulen. Tienen múltiples aplicaciones debido a varias características ventajosas, que incluyen una fuerte resistencia al calor (Zoubeik *et al.*, 2018) y el tratamiento de aguas residuales (Zoubeik *et al.*, 2018). Se han explorado ampliamente para aplicaciones biomédicas (Pourmadadi *et al.*, 2023) debido a su tamaño controlable, facilidad de funcionalización de la superficie y resistencia mecánica única (Laudadio *et al.*, 2023).

Nanomateriales poliméricos

Los nanomateriales poliméricos con un tamaño de partícula de 1 nm a 1000 nm al menos en una dimensión han atraído una gran atención en diversas aplicaciones científicas, principalmente debido a un aumento significativo en la relación área superficial/volumen. Demuestran excelentes características en comparación con los polímeros a granel. Muestran propiedades ópticas, térmicas y eléctricas superiores (Fu & Fu, 2011). Se pueden clasificar en nanomateriales poliméricos basados en polímeros naturales, polímeros de biosíntesis y quimiosíntesis (Han *et al.*, 2018). Las principales áreas de su aplicación incluyen la liberación de fármacos, la separación, la catálisis, los nanoreactores y los recubrimientos superficiales (Fu & Fu, 2011). Son materiales preferibles debido a su biodegradabilidad controlable y seguridad biológica (Han *et al.*, 2018).

Nanomateriales derivados de biomoléculas

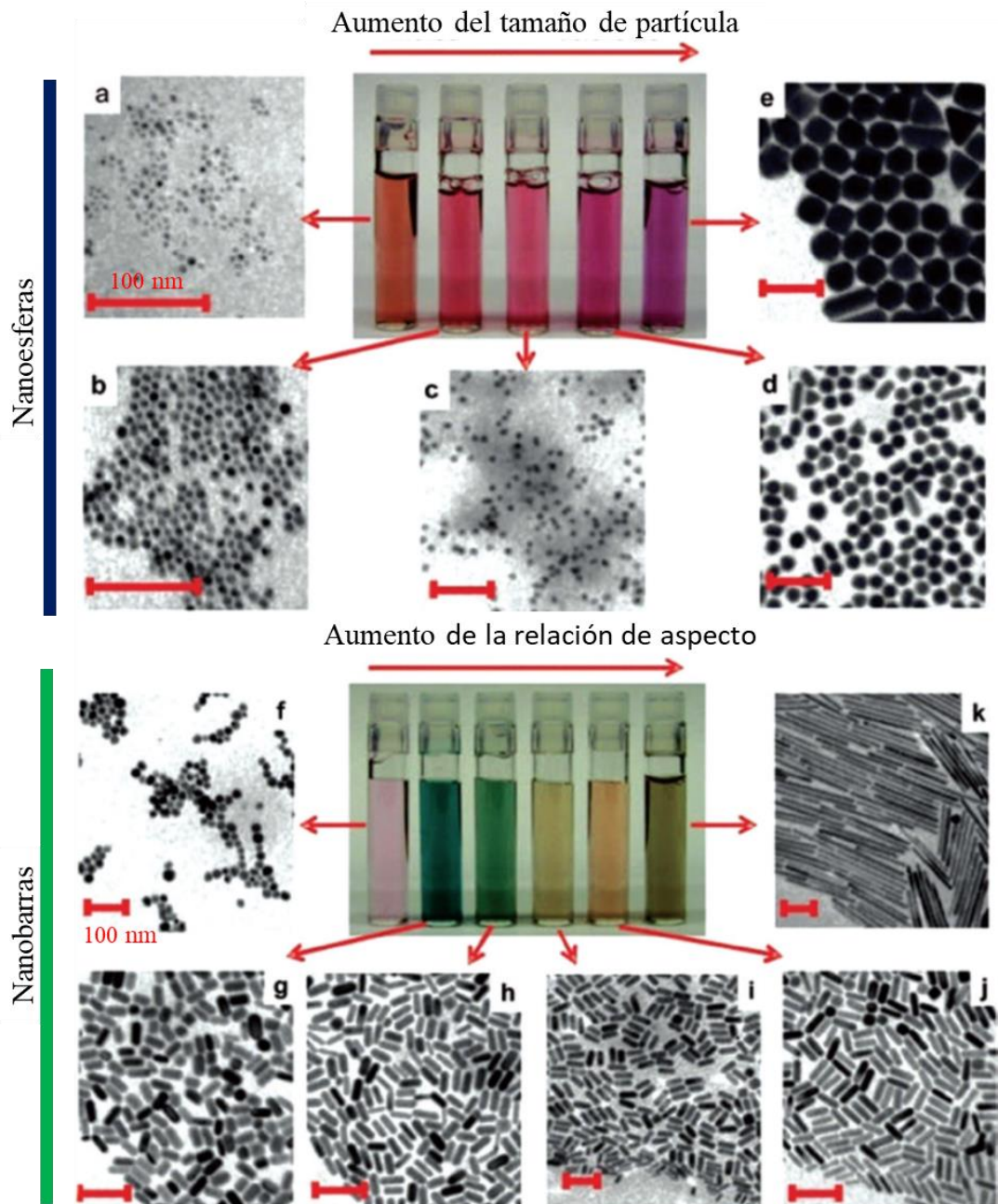
Las proteínas (Yosri *et al.*, 2021), los lípidos (Beg *et al.*, 2021), los polisacáridos (Homaeigohar *et al.*, 2023), los ácidos nucleicos (Yadav *et al.*, 2023) y otras biomoléculas se han utilizado con eficacia para sintetizar nanomateriales. Estos nanomateriales han captado una atención significativa debido a las crecientes aplicaciones de nanomateriales biocompatibles y biodegradables. El área principal de aplicación de dichos materiales es la administración de fármacos (Ding *et al.*, 2021). Las características de autoensamblaje de las biomoléculas, como el ácido desoxirribonucleico o las proteínas, constituyen la base de su papel en la generación de una amplia variedad de nanoestructuras, que pueden tener aplicaciones en la biomedicina y otras áreas (P. Hunter, 2018; Katyal *et al.*, 2019). Estos materiales brindan inmensas oportunidades como biomateriales de nueva generación (Katyal *et al.*, 2019).

2.1.2. Propiedades de los nanomateriales

Las propiedades generales de los nanomateriales incluyen su tamaño, forma, área de superficie, reactividad, etc., las cuales dependen de las condiciones de síntesis (Mody *et al.*, 2010). El tamaño y la forma de los nanomateriales es importante para determinar sus propiedades fisicoquímicas y aplicaciones. Por ejemplo, se ha informado que una suspensión coloidal de NPs de Au tiene un color rojo cuando son nanopartículas y un color amarillo cuando las partículas son más grandes, como se muestra en la Figura 2.2 (Murphy *et al.*, 2008). Estas interesantes propiedades ópticas de estas NPs de Au son debido a su interacción única con la luz (Jain *et al.*, 2008). Cuando las nanopartículas metálicas se encuentran expuestas al campo electromagnético de la luz, los electrones libres que están presentes en estas nanopartículas experimentan una oscilación en relación con la estructura metálica circundante.

Figura 2.2

Fotografías de suspensiones coloidales de nanoesferas y nanobarras de oro con distintas dimensiones e imágenes de TEM de las NPs. Todas las barras rojas de escala representan 100 nm.



Nota: Adaptado de (Murphy *et al.*, 2008).

Otra propiedad importante de los nanomateriales es su área superficial, ya que su área superficial es superior en comparación con los materiales de tamaño macroscópico. El área superficial también es una propiedad que gobierna muchas aplicaciones de los nanomateriales. Es una característica importante de las aplicaciones de detección. El área

superficial está relacionada con la reactividad de las nanoestructuras. Nuevamente, el área superficial también depende de los métodos de síntesis y las condiciones experimentales (Su *et al.*, 2010).

La forma de los nanomateriales es otra característica general e importante. Los nanomateriales que pertenecen a un mismo material a granel pueden tener diferentes formas. De hecho, hoy en día es posible preparar nanomateriales con formas y tamaños específicos controlando el procedimiento de síntesis y las condiciones de reacción. Los nanomateriales de tamaño y forma controlados han inspirado muchas aplicaciones en diferentes áreas (Roca *et al.*, 2019; Xie *et al.*, 2018).

2.2. Nanopartículas de ZnO

En los últimos años, se ha estudiado el recubrimiento de tejidos con diferentes tipos de NPs (Radetić, 2013; Yuan *et al.*, 2019), entre ellas el ZnO (Montazer & Amiri, 2013). Los compósitos obtenidos poseen propiedades multifuncionales únicas, como autolimpieza fotocatalítica (Nourbakhsh *et al.*, 2018), actividad antimicrobiana (Fiedot *et al.*, 2017), protección UV (M. Wang *et al.*, 2019), retardante de fuego (Sheshama *et al.*, 2017), resistencia térmica (M. Wang *et al.*, 2019), manejo de la humedad (Ashraf *et al.*, 2017), hidrofobicidad (M. Wang *et al.*, 2019) y conductividad eléctrica (C. Mao *et al.*, 2017). En este apartado se describen las principales propiedades estructurales y fisicoquímicas del ZnO que resultan de interés para la funcionalización de tejidos.

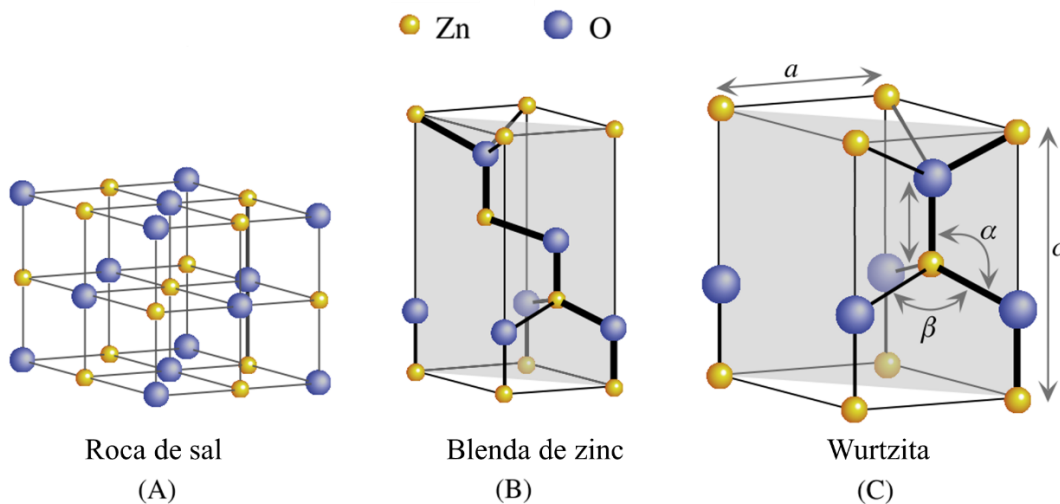
2.2.1. Estructura y propiedades del ZnO

El óxido de zinc es un compuesto inorgánico que, cuando se presenta como polvo, es blanco y casi insoluble en agua, 0,16 mg/100 ml a 30 °C (Kumar & Sasikumar, 2014). El ZnO puede presentar tres estructuras cristalinas: (A) roca de sal, (B) blenda de zinc y (C) wurtzita (Gao *et al.*, 2007), como se presenta en la Figura 2.3. La fase wurtzita es la más interesante tecnológicamente debido a que en condiciones ambientales es termodinámicamente estable (Kulkarni *et al.*, 2011). En la estructura de wurtzita cada

átomo de zinc está tetraédricamente coordinado con cuatro átomos de oxígeno, y los ángulos de enlace α y β son $109,47^\circ$ en el cristal ideal. Como se observa en la Figura 2.3C, la estructura de wurtzita tiene una celda unitaria hexagonal perteneciente al grupo espacial de $P6_3mc$ (Sharma *et al.*, 2022), definida por un parámetro de red $a = 0,3249$ nm (la longitud del borde del hexágono del plano basal) y el parámetro de red $c = 0,52042$ nm (altura de la celda unitaria perpendicular al plano basal) con una relación de $c/a = 1,633$ en la estructura ideal (Özgür *et al.*, 2018).

Figura 2.3

Representación de las estructuras cristalinas del ZnO: (A) cúbica tipo roca de sal, (B) cúbica tipo blenda de zinc y (C) hexagonal tipo wurtzita.



Nota: Adaptado de (Özgür *et al.*, 2018).

El ZnO presenta una banda prohibida (E_g) de aproximadamente 3,37 eV (correspondiente a 376 nm) a 25°C (Schmidt-Mende & Macmanus-driscoll, 2007), el cual varía con las condiciones de síntesis. Debido al valor de su E_g , el ZnO posee la capacidad de absorber luz que iguala o supera su energía de banda prohibida y muestra transparencia en el rango visible (Becheri *et al.*, 2008). El ZnO también es un material luminiscente, lo que significa que puede emitir luz bajo excitación eléctrica u óptica (Z. L. Wang & Song, 2006).

El ZnO está coordinado tetragonalmente de modo que el centro de las cargas positivas se superpone con el de las cargas negativas. Esto significa que cuando se aplica una fuerza externa, la distorsión del tetraedro da como resultado un momento dipolar, lo que da lugar a sus propiedades piezoeléctricas (Gao *et al.*, 2007), lo que lo hace adecuado para su uso en sensores y transductores (X. Wang *et al.*, 2004). Además de estas ventajas, el ZnO es un material con baja toxicidad, buena estabilidad química y actividad electroquímica (Gomez & Tigli, 2013).

El ZnO también exhibe propiedades magnéticas, aunque estas propiedades no son intrínsecas al material en sí mismo. En lugar de ello, las propiedades magnéticas del ZnO son atribuibles a impurezas magnéticas, como el manganeso, que se pueden introducir en la estructura cristalina del ZnO (Dietl *et al.*, 1995). Las propiedades magnéticas del ZnO son interesantes debido a su potencial para su uso en aplicaciones de espintrónica y almacenamiento de datos (Ohno, 1998).

Las propiedades eléctricas del ZnO también son importantes para su uso en dispositivos electrónicos. El ZnO exhibe una alta conductividad eléctrica en la dirección del eje *c*, lo que lo hace adecuado para su uso en dispositivos electrónicos de películas delgadas (Özgür *et al.*, 2005). Además, el ZnO es un semiconductor intrínseco tipo *n*, ya que tiene un gran número de electrones libres debido a sus vacancias de oxígeno (Hailili *et al.*, 2022). Esto lo hace adecuado para su uso en transistores y otros dispositivos electrónicos (Fan *et al.*, 2004).

En términos de aplicaciones, el ZnO se utiliza en diversos campos, desde la electrónica hasta la medicina. En la electrónica, el ZnO se utiliza en dispositivos optoelectrónicos, transistores, diodos emisores de luz y paneles solares (Z. L. Wang & Song, 2006). En la medicina, el ZnO se utiliza en vendajes y apósitos antibacterianos debido a sus propiedades antimicrobianas (Padmavathy & Vijayaraghavan, 2008). También se ha investigado su uso en la terapia fotodinámica, que implica el uso de luz y fotosensibilizadores para destruir células cancerosas (Youssef *et al.*, 2017).

2.2.2. Síntesis de nanopartículas de ZnO

En general, existen diversos enfoques para la síntesis de las NPs-ZnO, tales como precipitación directa (Chen *et al.*, 2008; Siqingaowa *et al.*, 2006), síntesis hidrotérmal (B. Liu & Zeng, 2003), método sol-gel (Peng *et al.*, 2006), pirólisis por aspersión (T. Q. Liu *et al.*, 1986), descomposición térmica (Liewhiran *et al.*, 2006), etc. Entre estos métodos, la precipitación es un método usado para sintetizar NPs-ZnO con diversas morfologías a un costo relativamente bajo (Sepulveda-Guzman *et al.*, 2009).

En el método de precipitación se adiciona un agente precipitante a una solución de sal de zinc soluble para generar otra sal de zinc insoluble en agua, sal básica de zinc o hidróxido de zinc, que en combinación con el filtrado, lavado, secado y el tratamiento térmico, produce óxido de zinc a nanoescala (Aghazadeh-Ghomi & Pourabbas, 2021).

El mecanismo de formación de las NPs-ZnO en este método puede variar según las condiciones de síntesis. En la Tabla 2.1, se presentan las reacciones que describen la formación de complejos de hidróxido de zinc. Cuando la concentración de OH^- es menor que la cantidad requerida para producir $\text{Zn}(\text{OH})_2$, se produce el compuesto $\text{Zn}(\text{OH})^+$ (W. Zhang & Yanagisawa, 2007). Cuando la relación molar de $\text{Zn}^{2+}:\text{OH}^-$ es igual a 1:2, el producto es $\text{Zn}(\text{OH})_2$ (Halliday & Chambers, 1975). Este compuesto tiene baja solubilidad en agua (Jacobs *et al.*, 2010). En las reacciones 4 y 5 se muestra que cuando se agrega más hidróxido, se forman complejos de hidróxido de zinc de orden superior. Estos compuestos pueden descomponerse en ZnO y liberar iones de hidróxido y agua, como se presenta en las reacciones 6 y 7 (Moezzi *et al.*, 2011).

El pH del sistema es el principal controlador del progreso de la reacción. A pH menor que 6 se tienen iones Zn^{2+} , a pH entre 7 y 8, $\text{Zn}(\text{OH})_2$ o ZnO, y a pH igual a 12 o superior los principales compuestos en la suspensión son $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$ (J. Zhang *et al.*, 2002). Cabe señalar que, en condiciones alcalinas, debido a la formación de $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}(\text{ac})$, no se forma precipitado de ZnO (Maslii *et al.*, 2001). La formación del compuesto estable $\text{Zn}(\text{OH})_2$

puede prevenir la formación de óxido de zinc sólido porque este compuesto es altamente estable (Moezzi *et al.*, 2011). Al comprender profundamente el mecanismo de formación de partículas y controlar las condiciones de síntesis, se puede ajustar la morfología de las partículas sintetizadas.

Tabla 2.1

Posibles reacciones de formación de óxido de zinc bajo diferentes concentraciones de (OH)⁻.

No.	Reacción estequiométrica
1	$Zn^{2+}_{(ac)} + (OH)^{-}_{(ac)} \rightarrow Zn(OH)^{+}_{(ac)}$
2	$Zn(OH)^{+}_{(ac)} + (OH)^{-}_{(ac)} \rightarrow Zn(OH)_{2(s)}$
3	$Zn(OH)_{2(s)} \leftrightarrow Zn(OH)_{2(ac)}$
4	$Zn(OH)_{2(ac)} + (OH)^{-}_{(ac)} \rightarrow Zn(OH)_{3}^{-}_{(ac)}$
5	$Zn(OH)_{3}^{-}_{(ac)} + (OH)^{-}_{(ac)} \rightarrow Zn(OH)_{4}^{2-}_{(ac)}$
6	$Zn(OH)_{3}^{-}_{(ac)} \rightarrow ZnO_{(s)} + H_2O_{(l)} + (OH)^{-}_{(ac)}$
7	$Zn(OH)_{4}^{2-}_{(ac)} \rightarrow ZnO_{(s)} + H_2O_{(l)} + 2(OH)^{-}_{(ac)}$

Nota: Adaptado de (Dirkse, 1986; Reichle *et al.*, 1975; Y. Zhang & Muhammed, 2001).

2.2.3. Actividad antibacteriana del ZnO

Las NPs-ZnO se presentan como polvos blancos y se usan comúnmente en las industrias de alimentos y protectores solares (Espitia *et al.*, 2012). Las NPs-ZnO se pueden usar como agentes antimicrobianos preferidos sobre las NPs de Ag debido a su poca toxicidad, bajo costo y propiedades de barrera UV (Chaudhry *et al.*, 2008; Llorens *et al.*, 2012). Las propiedades antifúngicas, anticorrosivas y antibacterianas del ZnO se atribuyen al incremento del área de superficie específica, la disminución del tamaño de las partículas, el aumento de la reactividad de la superficie de las NPs y la textura de la superficie áspera (Sirelkhatim *et al.*, 2015).

La actividad antimicrobiana del ZnO varía de acuerdo al tamaño de las partículas y la concentración (Raghupathi *et al.*, 2011). Yamamoto (2001) investigó la actividad antimicrobiana del ZnO con tamaños de partícula entre 100 nm y 800 nm. Los resultados mostraron que la actividad antibacteriana aumenta con la disminución del tamaño de partícula y el incremento de la concentración de la muestra. Por otra parte, Saini *et al.*

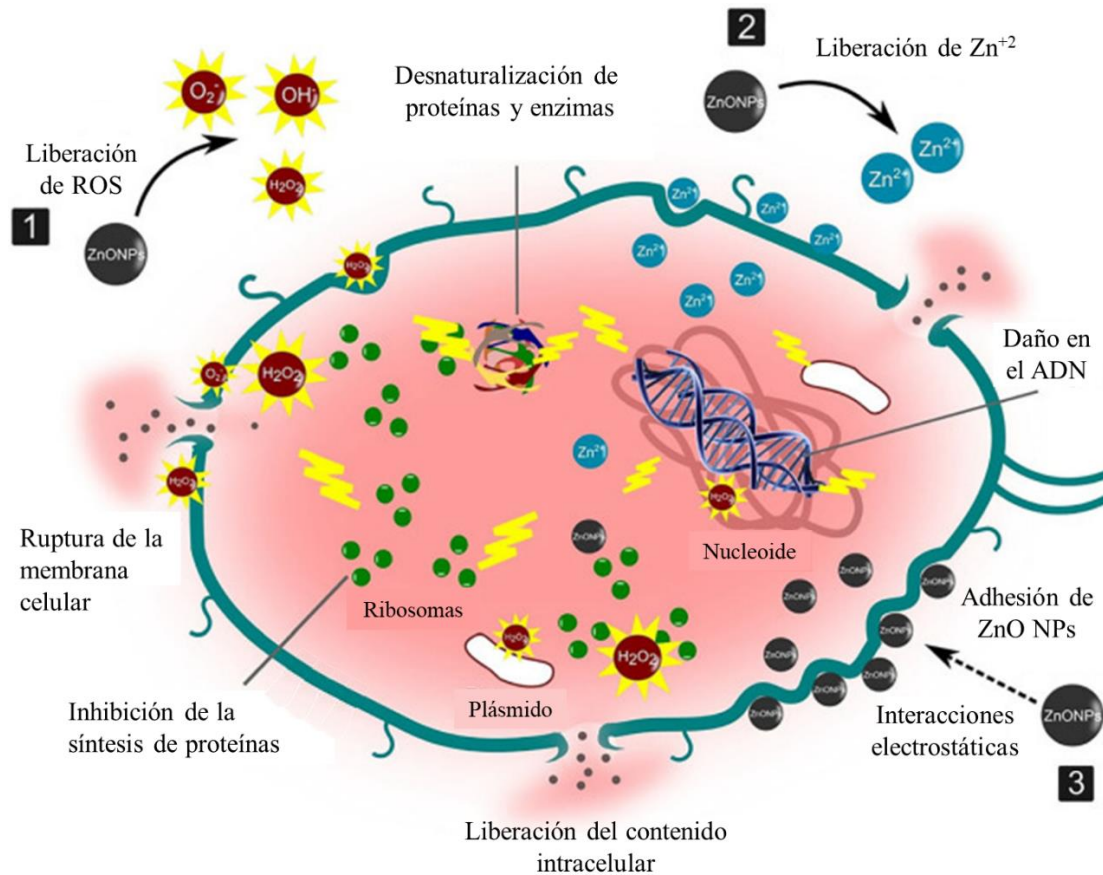
(2022) reportaron que las bacterias Grampositivas son probablemente más sensibles a las NPs-ZnO que las bacterias Gramnegativas. La razón podría estar relacionada con la diferencia estructural de la célula bacteriana, ya que las bacterias Grampositivas poseen una membrana citoplasmática única con múltiples capas de polímero de péptidoglicano y una pared celular más gruesa. Mientras que la pared de las bacterias Gramnegativas posee dos membranas celulares, una membrana externa y una membrana plasmática con una fina capa de peptidoglicano. Por lo tanto, las NPs pueden pasar fácilmente a través del peptidoglicano, haciendo a las bacterias Grampositivas susceptibles al daño (A. Singh *et al.*, 2018).

Lipovsky *et al.* (2011) demostraron que las NPs-ZnO afectan el crecimiento de la levadura patógena *Candida albicans*. Se observó un efecto dependiente de la concentración para la eficacia antibacteriana de las NPs-ZnO, con una concentración fungicida mínima de 0,1 mg/ml, lo que demostró inhibir el crecimiento de las células de *Candida albicans* en más del 95 %. Además, se encontró que las NPs-ZnO inhiben el crecimiento de hongos filamentosos, como *Erythricium salmonicolor* (Arciniegas-Grijalba *et al.*, 2017) y *Aspergillus niger* (Gondal *et al.*, 2012).

Como se muestra en la Figura 2.4, se han propuesto diferentes mecanismos para explicar la actividad antimicrobiana de las NPs-ZnO. Los cuales incluyen la producción de especies reactivas de oxígeno (ROS por sus siglas en inglés *reactive oxygen species*), la liberación de iones Zn^{2+} , el contacto directo entre las NPs-ZnO y la membrana celular de la bacteria a través de fuerzas electrostáticas que promueven la internalización de las NPs-ZnO y conducen a la muerte y/o inhibición de bacterias (Dimapilis *et al.*, 2018).

Figura 2.4

Esquema de mecanismos de actividad antibacteriana para las NPs-ZnO.



Nota: Adaptado de (Malhotra, 2021).

i. Liberación de especies reactivas de oxígeno (ROS, *reactive oxygen species*)

La actividad antimicrobiana de las NPs-ZnO implica la liberación de especies de oxígeno, incluido el peróxido de hidrógeno (H_2O_2), OH^\cdot (radicales hidroxilos) y O_2^{2-} (peróxido), desde la superficie del ZnO que causan daños fatales a los microorganismos. Se tiene conocimiento de que las ROS generan estrés oxidativo⁸ al afectar el material genético, las membranas y las proteínas de las células. La ruptura de la pared celular se atribuye a la actividad superficial del ZnO que provoca la descomposición de la pared celular y, consecuentemente, de la membrana celular. Esto conlleva a la liberación del

⁸ El estrés oxidativo se puede definir como un desequilibrio entre oxidantes y antioxidantes a favor de los oxidantes.

contenido celular y, en última instancia, la muerte de la célula (Padmavathy & Vijayaraghavan, 2008).

ii. Liberación de Zn^{2+}

Otro posible mecanismo para la actividad antibacteriana del ZnO es la liberación de iones Zn^{2+} que pueden dañar la membrana celular y penetrar el contenido intracelular. En el experimento de Li *et al.* (2008) sobre la caracterización fisicoquímica y las pruebas antibacterianas de las NPs-ZnO en cinco medios, se sugirió que la toxicidad de las NPs-ZnO contra *Escherichia coli* se atribuía principalmente a los iones Zn^{2+} liberados. De igual manera, Kasemets *et al.* (2009) determinó que la toxicidad de las NPs-ZnO contra *Saccharomyces cerevisiae* podría deberse a la solubilidad de los iones Zn^{2+} en el medio que contiene el microorganismo.

iii. Contacto directo de NPs con membrana celular

Según Heinlaan *et al.* (2008), el daño celular no resulta necesariamente de la entrada de las NPs de óxido metálico en la célula. Más importante es el contacto entre la célula bacteriana y la partícula que provoca cambios en el microambiente dentro del área de contacto del organismo y la partícula. Brayner *et al.* (2006) también mostró que después del contacto con NPs-ZnO, las paredes celulares bacterianas se dañaron y desorganizaron. La textura abrasiva del ZnO provocó un aumento de la permeabilidad de la membrana que produjo una posterior internalización celular de las NPs.

2.3. Fibra de poliéster (PES)

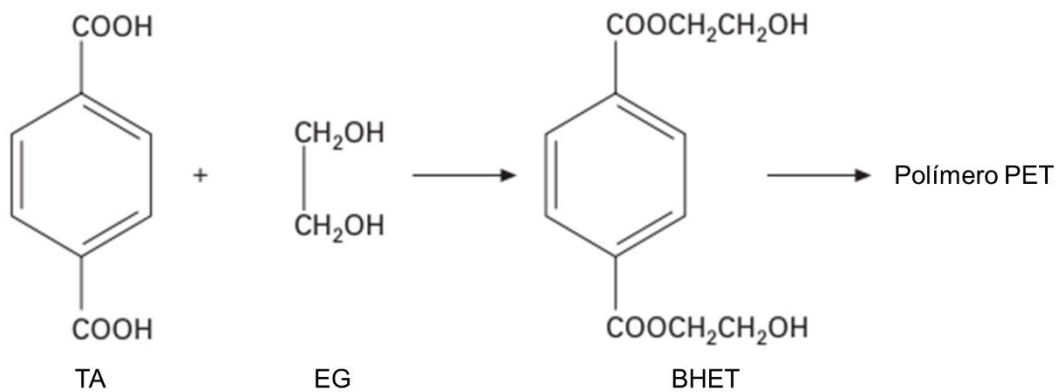
La fibra de PES es un ejemplo del gran grupo de fibras producidas por el hombre, ya que se producen a partir de polímeros sintetizados que no existen en la naturaleza. Hay muchos tipos diferentes de PES, pero todos se producen por reacción de condensación⁹ y

⁹ La reacción de condensación se puede definir como la reacción que involucra la combinación de dos o más compuestos con la eliminación de una molécula pequeña.

todos contienen el grupo funcional éster -COO- (Grishanov, 2011). El poli(tereftalato de etileno), PET, es el polímero más abundante en el grupo de las fibras de poliéster (Jaffe *et al.*, 2020). El PET es producto de la reacción de condensación entre el etilendiglicol y el ácido tereftálico, como se presenta en la Figura 2.5 (East, 2009). Esta reacción se lleva a cabo a una temperatura de 290 °C y una presión de 400 kPa (Grishanov, 2011).

Figura 2.5

Producción del monómero PET bit-(2-hidroxietil) tereftalato (BHET) a partir de ácido tereftálico (TA) y etilenglicol (EG).



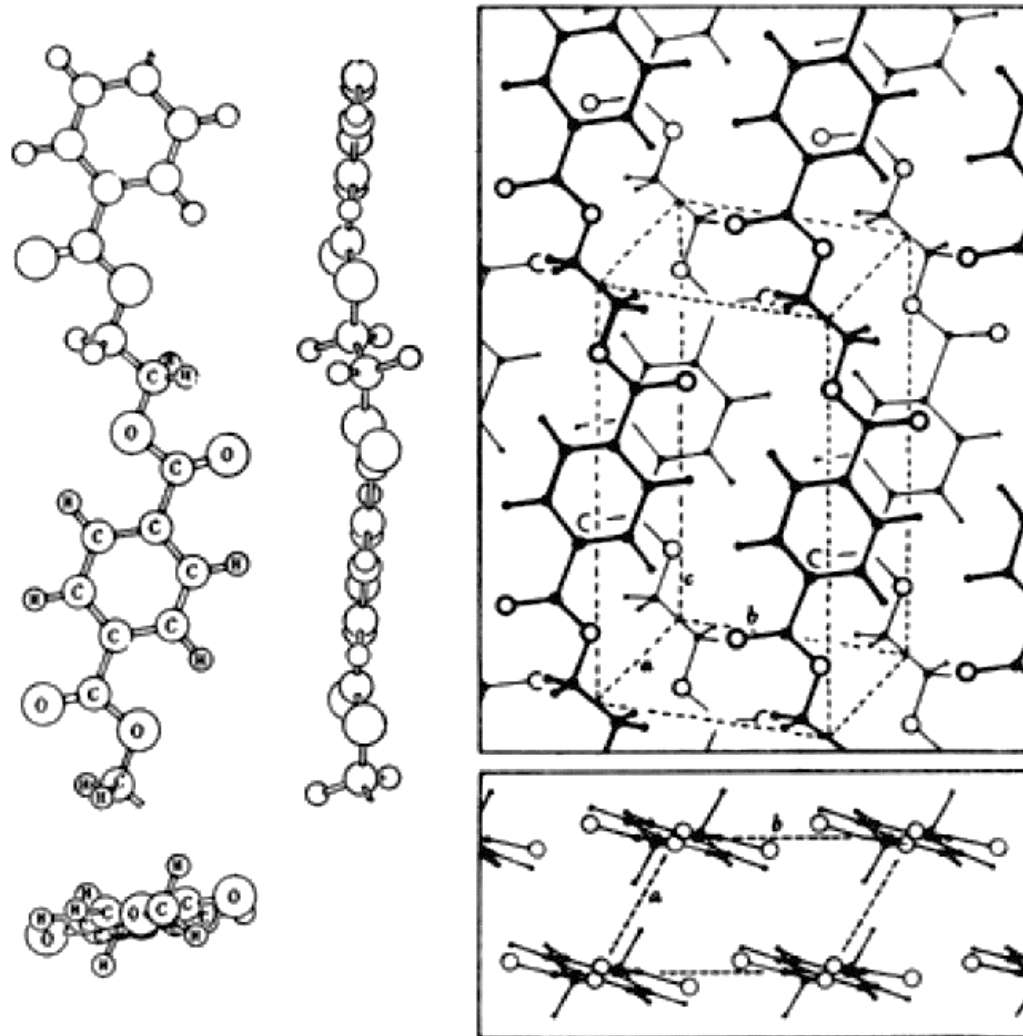
Nota: Adaptado de (East, 2009).

i. Propiedades estructurales finas

El rendimiento y las propiedades de las fibras de PET se ven afectados significativamente por las cantidades relativas de estructuras amorfas y cristalinas, la orientación de las estructuras con respecto al eje de la fibra y la distribución de tamaño de las regiones cristalinas. Por difracción de rayos X, se ha determinado que la celda unitaria del PET cristalino es triclinica ($a = 0,456 \text{ nm}$; $b = 0,594 \text{ nm}$; $c = 1,075 \text{ nm}$) (Brandrup *et al.*, 1999) con una unidad de monómero por celda unitaria cristalina, como se ilustra en la Figura 2.6. Un factor importante para la cristalización es la posición de los anillos de benceno. Si los anillos de benceno se colocan en el eje c , el empaquetamiento compacto de las cadenas moleculares facilita la cristalización del polímero (Y. Mao *et al.*, 2016).

Figura 2.6.

Estructura cristalina del PET.



Nota: Adaptado de (Y. Mao *et al.*, 2016).

Las propiedades de densidad, mecánicas y térmicas se ven significativamente afectadas por el grado de cristalinidad. Estas propiedades pueden usarse para estimar experimentalmente el porcentaje de cristalinidad, aunque ninguna medida es completamente adecuada. La densidad cristalina del PET puede calcularse teóricamente a partir de la estructura cristalina en $1,455 \text{ g/cm}^3$. Se estima que la densidad del PET amorfo es de $1,33 \text{ g/cm}^3$ según se determina experimentalmente utilizando un polímero enfriado rápidamente. Suponiendo que la fibra está compuesta únicamente de cristales perfectos o material amorfo, el porcentaje de cristalinidad se puede estimar y correlacionar con otras propiedades (Farrow & Ward, 1960).

ii. Propiedades químicas

La hidrólisis del PET es catalizada por ácidos o bases, varía significativamente con la temperatura y es relativamente rápida a las temperaturas de fusión del polímero. El tratamiento durante varias semanas en agua a 70 °C no produce una pérdida significativa de la resistencia de la fibra. Sin embargo, a 100 °C, aproximadamente el 20 % de la tenacidad del PET se pierde en una semana y alrededor del 60 % se pierde en tres semanas. Los ácidos fuertes, como el ácido sulfúrico concentrado, disuelven y despolimerizan el PET. Las fibras de PES tienen una buena resistencia a los productos químicos débilmente alcalinos y una resistencia moderada a los productos químicos fuertemente alcalinos a temperatura ambiente. Las fibras de PES tienen una excelente resistencia al jabón, detergente, lejía y otros agentes oxidantes. Además, generalmente son insolubles en solventes orgánicos, incluidos los líquidos de limpieza, pero son solubles en algunos compuestos fenólicos, por ejemplo, o-clorofenol (Hansen & Sargeant, 2000).

Las fibras de PES exhiben una reducida capacidad de absorción de humedad, tienen la capacidad de acumular cargas electrostáticas en su superficie y tienden a formar agrupaciones de fibras entrelazadas en la superficie del tejido, lo que se conoce como el efecto *pilling* (Ebewele, 2000).

iii. Propiedades térmicas

El punto de fusión del PET generalmente se reporta entre 258 °C y 265 °C y generalmente se considera que es independiente del peso molecular (Billmeyer, 1984; Farrow & Ward, 1960; Mark & Kroschwitz, 1985). La temperatura de transición vítrea¹⁰ (T_g) del PES seco es de aproximadamente 70 °C y se reduce ligeramente en agua. Las T_g de los copoliésteres se ven afectadas tanto por la cantidad como por la naturaleza química

¹⁰ Temperatura a la cual un material amorfo pasa de un estado rígido y frágil a uno más flexible y viscoso.

del comonomero (Kerawalla & Hansen, 1988). Otras propiedades térmicas, incluida la capacidad calorífica y la conductividad térmica, dependen del estado del polímero.

A causa de la estructura densa y altamente cristalina, así como la existencia de anillos de benceno que confieren rigidez a las zonas amorfas, las fibras de PES requieren procesos de teñido a temperaturas que alcanzan los 140 °C (Grishanov, 2011).

iv. Propiedades mecánicas

Las fibras de PES se forman por hilado en estado fundido, generalmente seguido de estirado en caliente y termofijado hasta la forma final de la fibra. La orientación molecular y la cristalinidad generalmente aumentan con la relación de estirado, lo que aumenta la tenacidad a la rotura y el módulo de Young al tiempo que disminuye el alargamiento de rotura de la fibra. La estabilidad dimensional de la fibra y el módulo de Young también dependen del proceso de termofijado. Las fibras que están relajadas o termofijadas sin restricción, muestran una contracción baja y un módulo inicial bajo. Las fibras recocidas, que se termofijan bajo tensión a una longitud constante, tienen una contracción baja y mantienen un módulo inicial alto. Otros factores, incluido el peso molecular del polímero o la presencia de comonomeros, pueden afectar significativamente las propiedades mecánicas de la fibra (Hansen & Sargeant, 2000).

v. Otras propiedades

Las fibras de PES tienen buena resistencia a la radiación UV, aunque la exposición prolongada debilita las fibras (Hansen & Sargeant, 2000). El PES no se ve afectado por insectos o microorganismos (Polk & Kumar, 1998) y puede diseñarse para matar bacterias mediante la incorporación de agentes antimicrobianos como NPs-ZnO (Verbič *et al.*, 2019).

vi. Impacto ambiental

Se ha demostrado que, entre todas las fibras textiles, el PES y el algodón son las más utilizadas, con una demanda anual total de cuarenta y seis (46) millones de toneladas

(Sillanpää & Sainio, 2017). El PES no es nocivo para la salud y el medio ambiente, pero debido a su alta presencia, es decir, su alto volumen en los residuos, baja biodegradabilidad y resistencia parcial a los agentes biológicos y atmosféricos, el mayor problema es la liberación de microplásticos en el medio ambiente. Debido a estas características, el poliéster pertenece a la categoría de materiales nocivos para el medio ambiente (Šaravanja *et al.*, 2022). El PES es más denso que el agua y en medios acuáticos, el PES es degradado mediante fotooxidación e hidrólisis (Woodard & Grunlan, 2018). Los plásticos en el mar son fragmentados debido a los procesos mecánicos y fotoquímicos acelerados por las olas y la luz solar, respectivamente. Las micro/nanopartículas formadas son fácilmente ingeridas y bioacumuladas en los organismos acuáticos, lo cual puede convertir al PES en un material extremadamente peligroso en un futuro cercano (Issac & Kandasubramanian, 2021).

2.4. Obtención de compósitos de poliéster con nanopartículas de ZnO (PES-NPs-ZnO)

Para generar sustratos textiles funcionalizados con ZnO, se han usados diferentes procedimientos de recubrimiento, como recubrimiento por inmersión (Nourbakhsh *et al.*, 2018), sol-gel (Sudrajat, 2018), depósito de la capa de semillas (Ashraf *et al.*, 2015) y depósito por baño químico (Fiedot *et al.*, 2017). En estos métodos de aplicación, el ZnO de tamaño nanométrico y micrométrico es depositado principalmente sobre un sustrato textil a partir de una suspensión de partículas previamente preparadas, o mediante la síntesis *in situ* del ZnO por métodos como solvotermal, hidrotermal, precipitación, ultrasonido, mecanoquímica, microondas y técnicas sol-gel (Verbič *et al.*, 2019).

La funcionalización de los sustratos textiles con NPs de óxidos metálicos puede llevarse a cabo por tratamientos de aplicación textil como el método de teñido textil por agotamiento (Amézquita, 2016). Este proceso implica la interacción de un sólido con

suspensiones coloidales¹¹, como la fibra y una sustancia activa, que puede ser un colorante (Salem, 2010). Las moléculas de la sustancia activa son retenidas en la fibra, evitando su liberación hacia la solución (Grishanov, 2011). La incorporación de productos de acabado se realiza de forma similar. Es decir, existe una transferencia del baño que contiene el producto de acabado a una concentración inicial, expresada en porcentaje sobre el peso del material textil seco, hacia la fibra reduciendo la concentración del producto en el baño. Cuando el proceso alcanza el equilibrio, la sustancia activa en la fibra y la sustancia activa en el baño no cambian significativamente (Clark, 2011).

De acuerdo con Clark (2011), este proceso comprende cuatro etapas:

- i. Difusión por convección: las moléculas de la sustancia activa son transportadas en medio líquido hacia la superficie del sustrato. Este fenómeno puede ser acelerado mediante el movimiento relativo de la solución y la fibra.
- ii. Adsorción de la sustancia activa en la superficie del sustrato.
- iii. Difusión molecular: las moléculas de la sustancia activa son transferidas desde la superficie del sustrato hasta el interior de la fibra a través de sus regiones amorfas. Es un proceso lento y puede ser acelerado mediante un incremento de la temperatura.
- iv. Fijación de la sustancia activa: el sustrato es retenido sobre o dentro de la fibra mediante enlaces covalentes, enlaces de hidrógeno, intercambio iónico o fuerzas de Van der Waals. La estabilidad de la fijación depende del tipo de enlace que se haya formado.

En el método de agotamiento se usan soluciones diluidas, con relación de baño¹² (kg:l) 1:8 hasta 1:30. Además, se aplica un gradiente de temperatura que usualmente inicia

¹¹ Es un sistema físico que está compuesto por dos fases: una líquida y otra dispersa en forma de partículas sólidas (1 nm–1 µm).

¹² Litros de solución usada en la reacción por kg de tela.

en 35 ± 5 °C y aumenta gradualmente hasta la temperatura deseada, donde se mantiene constante. La cantidad usada del producto está en función de los gramos del sustrato textil (Clark, 2011).

La cinética del proceso de teñido está influenciada por las propiedades fisicoquímicas de la fibra, concentración y tipo de sustancia activa, temperatura, relación de baño, así como la influencia de los productos auxiliares (Ratnapandian, 2013). El control de la velocidad es importante ya que un proceso de agotamiento rápido conduce a tinciones no homogéneas.

En general, todo lo mencionado anteriormente con respecto al proceso de tintura, generó lo que de ahora en adelante en esta tesis se denominará proceso de funcionalización.

Capítulo III. Procedimiento experimental

En este capítulo se describe la metodología usada para la obtención de los compósitos PES-NPs-ZnO. Se explican los procedimientos y fundamentos físicos de las técnicas de caracterización, y se describe la prueba de resistencia al lavado.

3.1. Obtención de los compósitos PES-NPs-ZnO

La funcionalización fue realizada por el método de agotamiento, tomando como referencia el procedimiento descrito por Román *et al.* (2020). Este proceso fue realizado en cinco etapas, como se muestra en la Figura 3.1. En la primera etapa, con el objetivo de eliminar posibles impurezas, el tejido sarga (ver Anexo 1) de PES M1431-O2N000 fue lavado con una solución acuosa de detergente no iónico ELdet03 (1,5 g/l) a 95 °C por 20 min. El PES fue enjuagado tres veces con agua destilada a 60 °C en constante agitación hasta dejar de observar detergente en el enjuague. Posteriormente, el secado fue realizado en una estufa (Yabo, modelo NJ-101) a 80 °C por 25 min.

En la segunda etapa, correspondiente al proceso de agotamiento, se disolvió nitrato de zinc hexahidratado, ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 99,0 %; Sigma-Aldrich) en 100 ml de agua destilada. La Tabla 3.1 muestra el porcentaje en masa de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con respecto a la masa de PES, la masa de la sal precursora y del NaOH (98,5 %, Scharlau) usadas en la obtención de los compósitos PES-NPs-ZnO con distinta concentración de NPs-ZnO. Después, 10 g de PES fueron introducidos en un recipiente de acero inoxidable que contenía la solución acuosa de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Los recipientes con el PES inmerso en las distintas concentraciones de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ fueron sellados y colocados en la estructura rotatoria de un equipo de agotamiento Datacolor (Figura 3.2). Los recipientes se mantuvieron a 30 °C durante 60 min a una rotación de 45 revoluciones por minuto (rpm), esta velocidad angular se mantuvo durante todas las etapas de funcionalización. En este proceso, los cationes Zn^{+2} de la solución con la sal precursora, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, pasarán a las fibras del PES, debido a un proceso de difusión.

Figura 3.1

Curva de funcionalización de PES con NPs-ZnO a partir de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ y NaOH por el método de agotamiento.

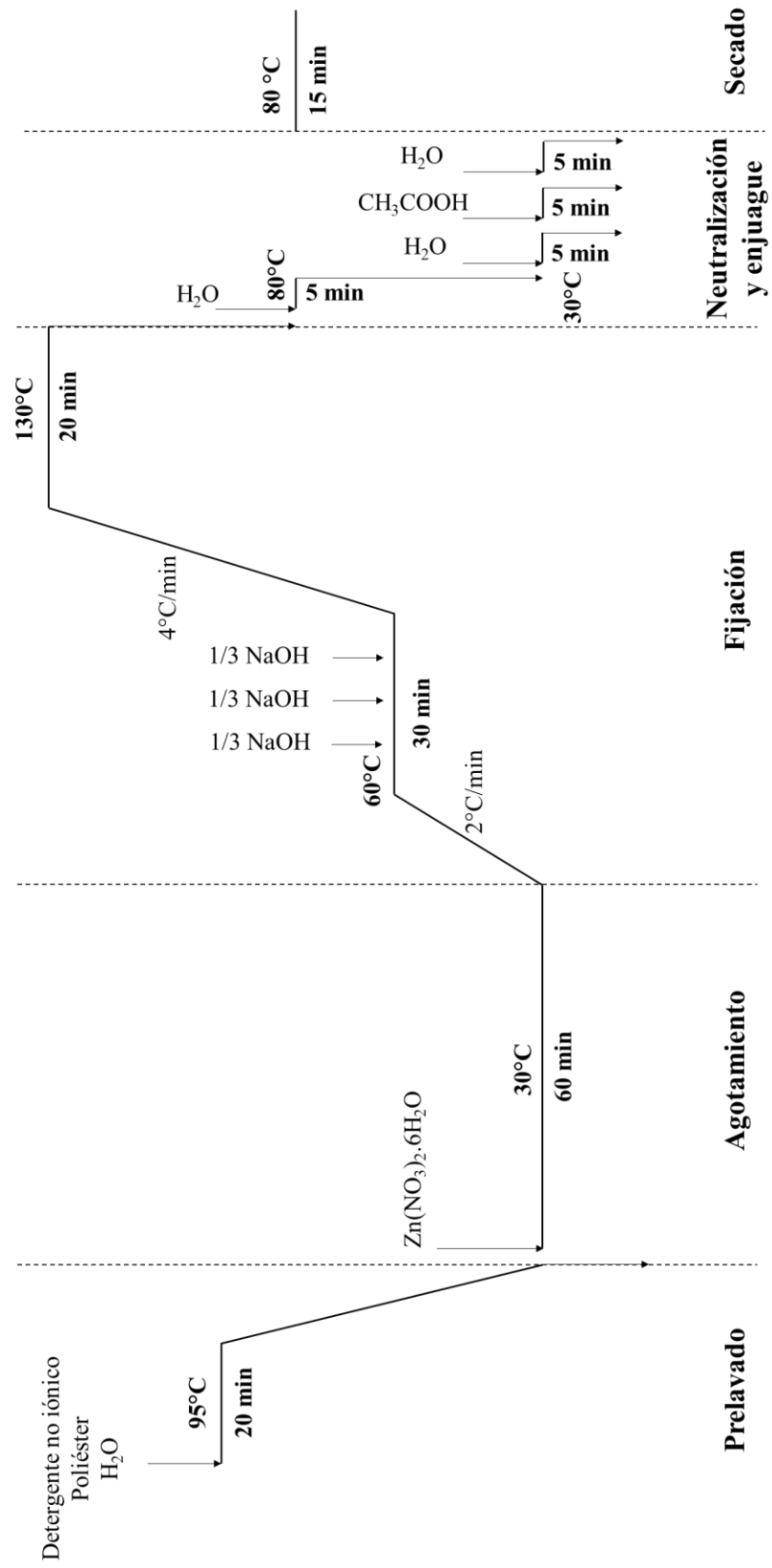


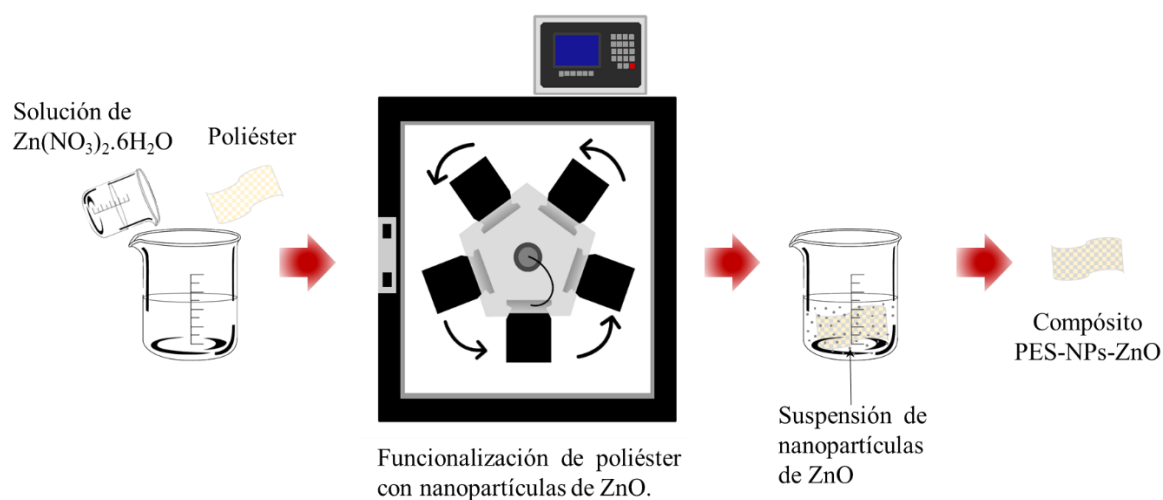
Tabla 3.1

Compósitos de PES-NPs-ZnO obtenidos, se muestran las cantidades de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ y de NaOH usadas en la funcionalización de 10 g de PES.

Muestra	Porcentaje de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (% masa)	Masa de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (g)	Volumen de NaOH 2,5 M (ml)
PES-NPs-ZnO-0,5	0,5	0,05	0,16
PES-NPs-ZnO-1	1	0,1	0,32
PES-NPs-ZnO-2	2	0,2	0,63
PES-NPs-ZnO-4	4	0,4	1,26
PES-NPs-ZnO-6	6	0,6	1,89
PES-NPs-ZnO-8	8	0,8	2,52
PES-NPs-ZnO-10	10	1,0	3,15
PES-NPs-ZnO-15	15	1,5	4,73
PES-NPs-ZnO-20	20	2,0	6,30
PES-NPs-ZnO-25	25	2,5	7,88
PES-NPs-ZnO-30	30	3,0	9,45

Figura 3.2

Esquema del proceso de funcionalización de PES con NPs-ZnO.



En el proceso de fijación, la temperatura fue incrementada a 60 °C usando una rampa de calentamiento de 2 °C/min. Una vez alcanzada la temperatura, cada 7 min fue adicionada la tercera parte del volumen de la solución de NaOH 2,5 M. El volumen total de la solución alcalina usada para cada muestra es presentado en la Tabla 3.1, que corresponde a un exceso del 20 %. A los 21 min fue finalizada la adición de NaOH y la

rotación se mantuvo hasta completar los 30 min. Después, los recipientes fueron calentados a 130 °C (rampa de 4 °C/min) durante 30 min.

Terminada la etapa de fijación, la solución alcalina fue drenada y cada muestra fue enjuagada con agua destilada, el primer enjuague a 80 °C y el segundo a 30 °C, ambos por 5 min. Las muestras fueron neutralizadas con 100 ml de ácido acético glacial (CH_3COOH , 99,8 %, Merck) 0,5 g/l a 30 °C durante 5 min y después enjuagadas con agua destilada bajo las mismas condiciones (etapas de neutralización y enjuague). Finalmente, los compósitos obtenidos fueron secados a 80 °C por 20 min. Las muestras fueron etiquetadas como PES-NPs-ZnO-P, donde P indica el porcentaje en masa de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con respecto a la masa de PES y varía de 0,5 a 30.

El equipo de funcionalización usado para la obtención de los compósitos PES-NPs-ZnO fue Datacolor, modelo Ahiba IR, ubicado en la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

3.2. Caracterización de los compósitos PES-NPs-ZnO

En esta sección se presentan las técnicas de caracterización empleadas para estudiar los compósitos PES-NPs-ZnO.

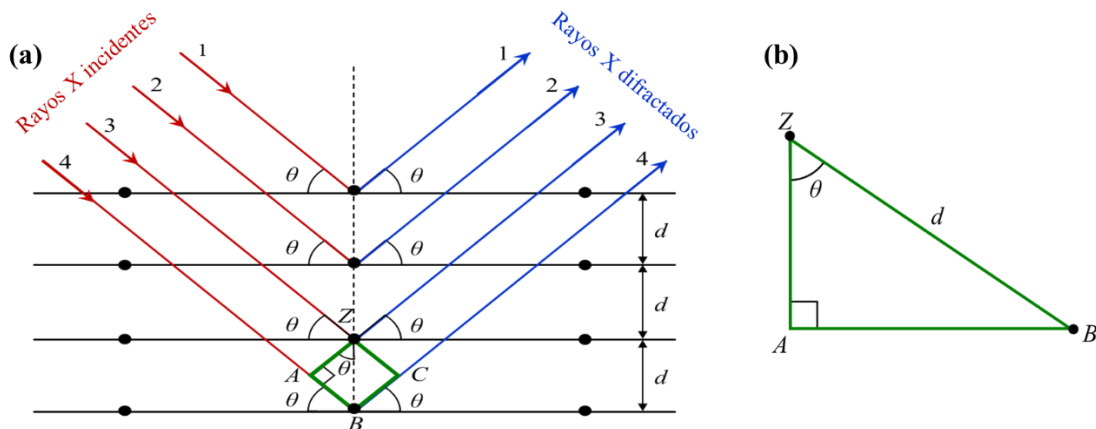
3.2.1. Difracción de rayos X (DRX)

La difracción de rayos X (DRX) es una técnica no destructiva útil para la caracterización de materiales cristalinos. Al incidir sobre materiales sólidos, los rayos X se dispersan por los electrones que giran alrededor del núcleo de los átomos. Estas ondas dispersas, emitidas en múltiples direcciones, interfieren entre sí. La naturaleza de la interferencia puede ser constructiva o destructiva, según la dirección y el tipo de interacción de las ondas (Fultz & James, 2010). Cuando la interferencia de los rayos X dispersos es constructiva se produce el fenómeno de difracción.

Bragg y Bragg (1913) propusieron una técnica de medición alternativa y una explicación simple para la difracción de rayos X monocromática. Según el análisis de Bragg, los planos atómicos (planos reticulares, hkl) o cristales están en capas. Como se observa en la Figura 3.3, una distancia d separa estas capas y la incidencia de rayos X en estos planos atómicos produce reflexión (Sivia, 2011). En los planos de la red, el ángulo entre el haz incidente y la onda difractada equivalente permanece igual. Como la difracción es una interferencia constructiva de las ondas dispersas, cuando las longitudes de las diferencias de trayectoria se vuelven iguales a $n\lambda$, se cumple la condición de difracción de Bragg.

Figura 3.3

Representación del (a) fenómeno de difracción de rayos X y (b) teorema de Pitágoras.



Nota: Adaptado de (Sivia, 2021).

Según la Ley de Bragg, la condición para la interferencia constructiva es (Bragg & Bragg, 1913):

$$AB + BC = n\lambda \tag{1}$$

Del esquema de DRX (Figura 3.3a), se puede inferir que $AB = BC$:

$$2AB = n\lambda \tag{2}$$

Se aplica el teorema de Pitágoras (Figura 3.3b) sobre $\triangle ABZ$ y se inserta AB para obtener la ecuación de Bragg:

$$\text{sen}\theta = AB/d \quad (3)$$

$$d \text{ sen}\theta = AB \quad (4)$$

$$n\lambda = 2d \text{ sen}\theta \quad (5)$$

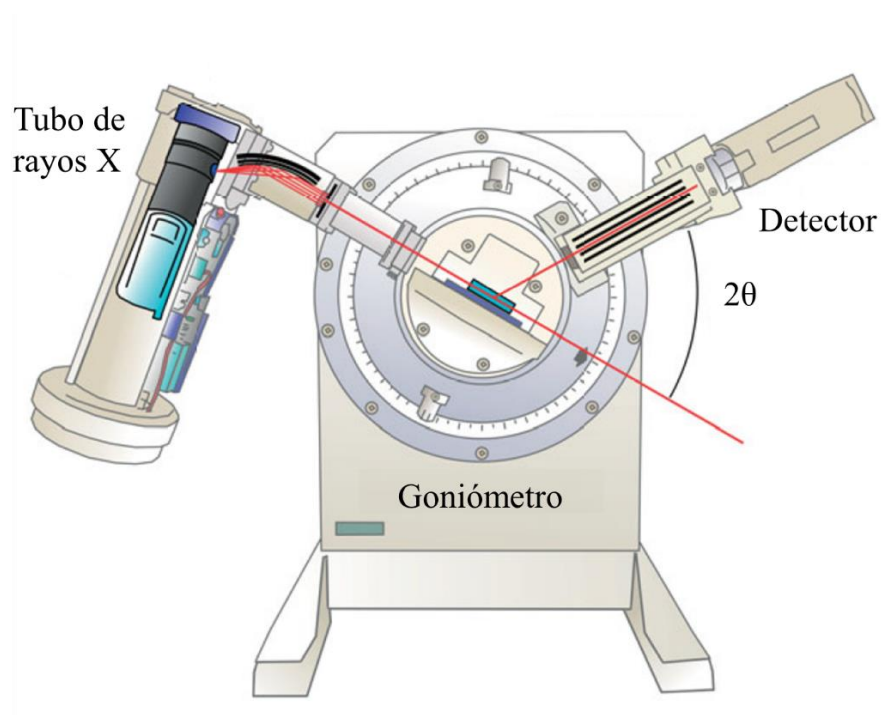
donde n indica el orden de reflexión (difracción), λ denota la longitud de onda de los rayos X, d caracteriza el espacio entre los planos atómicos y θ representa el ángulo del haz de difracción.

Como se muestra en la Figura 3.4, la muestra es colocada en el centro del círculo de medición del difractómetro de rayos X. Al inclinar lentamente la muestra a una velocidad constante, su ángulo hacia el haz de rayos X incidente varía y, en consecuencia, el haz difractado también se mueve. Durante el registro, el detector se desplaza a lo largo del círculo de medición con una velocidad angular que es el doble de la de la muestra. La intensidad de un haz de rayos X difractado por los cristalitos en la muestra se registra mediante un tubo de rayos catódicos. Usando un goniómetro automático, las intensidades dispersas paso a paso pueden medirse, almacenarse digitalmente y procesarse con un software (A. Hunt, 2017).

Los datos de difracción de polvo generalmente se presentan como un difractograma que registra la intensidad (I) de rayos X difractados como una función de la dispersión o el ángulo de análisis 2θ . La resolución del difractograma y, por lo tanto, la precisión de la medición depende de varios parámetros que incluyen la selección de filtros, aperturas, velocidad del goniómetro, rango máximo de señal del registrador, constante de tiempo, tipo de tubo de rayos X, voltaje, y la alineación adecuada de la condición de enfoque (A. Hunt, 2017).

Figura 3.4

Esquema de un difractómetro de rayos X.



Nota: Adaptado de (Stefanov, 2015).

Los patrones de difracción presentan las posiciones máximas registradas como gráficas de intensidad versus ángulo de difracción, el ángulo 2θ puede leerse directamente del gráfico y convertirse en valores d mediante la ecuación de Bragg. El patrón de rayos X difractados es único para cada compuesto y se puede usar como una "huella dactilar" (Suryanarayana & Norton, 2013). Para la elucidación del material, se compara el difractograma experimental con los patrones de difracción reportados en la base de datos del Centro Internacional de Datos de Difracción (ICDD) (ICDD, n.d.). El DRX puede brindar información sobre la estructura y tamaño del cristal, identificación de fases, orientación cristalográfica y los parámetros de red (Lou *et al.*, 2020); sin embargo, no revela información relevante de sólidos amorfos.

Todos los patrones de DRX reportados en este trabajo fueron adquiridos en un difractómetro Bruker, D8 Advance, con radiación Cu-K α (40 kV, 30 mA), un paso de $0,02^\circ$ (2θ) y 10 s por paso. Para el análisis, se fijó una muestra de 50 mm x 25 mm sobre un portaobjetos colocando cinta adhesiva en los extremos. El equipo usado para esta

caracterización está ubicado en la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

3.2.2. Difracción de electrones de área selecta (SAED)

La difracción de electrones de área seleccionada (SAED, *selected area electron diffraction*), también llamada difracción de electrones, es un método realizado en TEM, que mide los parámetros de la red, la estructura cristalina y el grado de cristalinidad de las NPs a partir de la técnica de difracción, en la que la muestra se dirige con un haz paralelo de electrones de alta energía (Behera *et al.*, 2022).

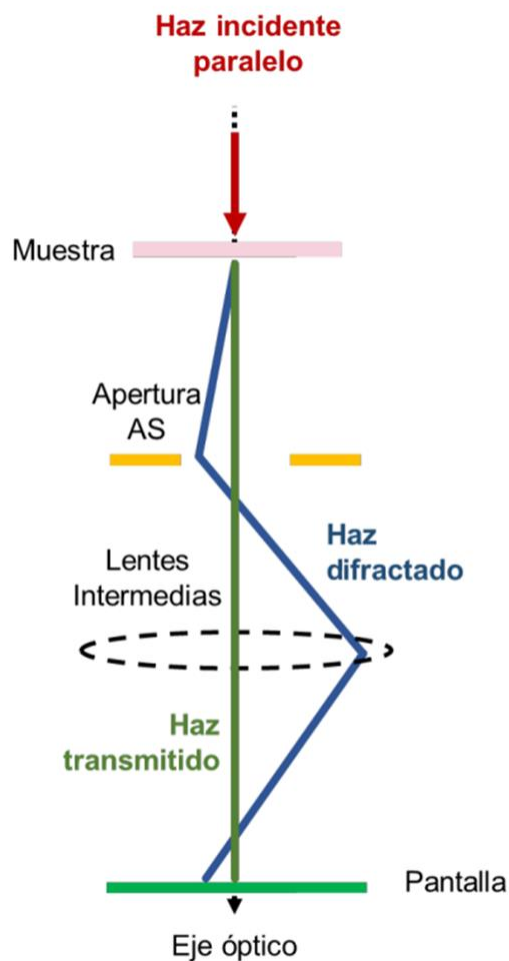
Los patrones SAED se pueden obtener en un TEM ajustando las lentes magnéticas para que, en lugar de colocar el plano de imagen en el aparato de imagen, el plano focal posterior de la lente esté en posición (Bolade *et al.*, 2022). Para la obtención de un patrón SAED, la muestra recibe la irradiación de un haz de electrones colimado, el cual se encuentra alineado de manera paralela al eje óptico del microscopio. (Figura 3.5). El área por estudiar se selecciona usando una apertura denominada “área selecta,” la cual se localiza en un plano ópticamente equivalente al plano sobre la muestra, este bloquea gran parte de los haces de electrones y solo permite que unos cuantos pasen a través de un agujero. Finalmente, el patrón se visualiza en la pantalla fluorescente al ajustar en las lentes intermedias.

SAED es una de las técnicas más usadas, permite identificar el carácter cristalino o amorfo de una muestra que no es detectable por la técnica de DRX. En la Figura 3.6 se observan diferentes tipos de muestras, así como el patrón de difracción característico que se podría obtener para cada una de estas. En la Figura 3.6a, se observa una muestra policristalina cuyo patrón de difracción característico se presenta en la Figura 3.6e, exhibiendo círculos concéntricos en donde cada círculo corresponde a una familia de planos de los cristales analizados. Cuando el número de cristales no tiende al infinito, el patrón de difracción no muestra anillos continuos sino discontinuos, como es el caso de la

Figura 3.6f, correspondiente a la Figura 3.6b. Mientras que cuando se selecciona un solo cristal (Figura 3.6c) es posible obtener difracción de monocristal y su patrón de difracción muestra una sola familia de puntos, como se observa en la Figura 3.6g. Finalmente, cuando se analiza un material amorfo no se observan puntos intensos, sino que se observa un continuo en espacio recíproco. La Figura 3.6h una transformada de Fourier de la Figura 3.6d, equivalente al patrón de difracción (Mendoza Ramirez & Avalos Borja, 2020).

Figura 3.5

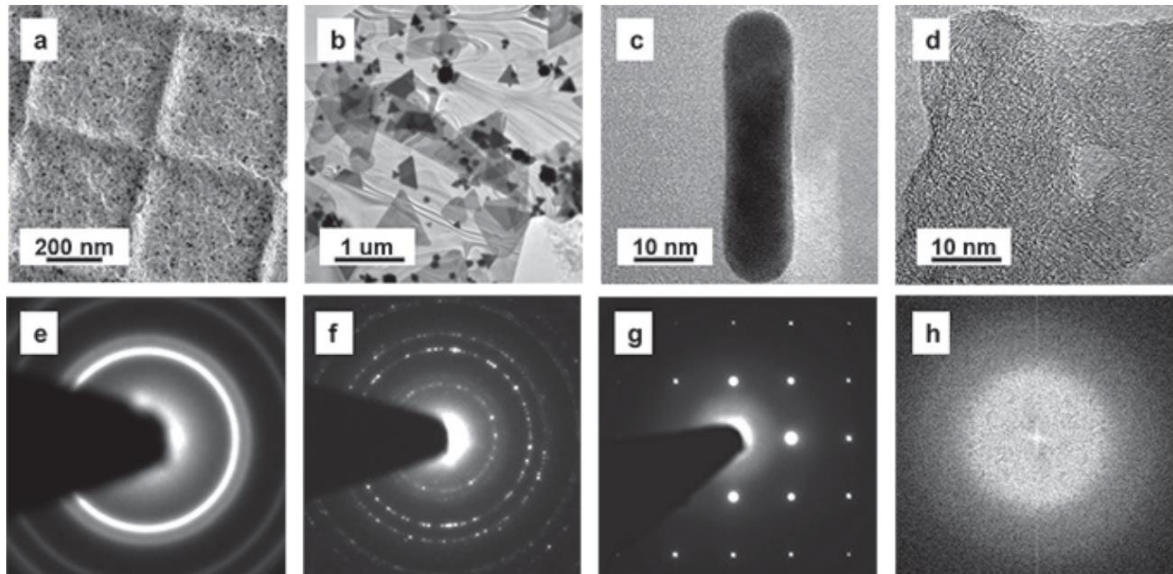
Diagrama del haz incidente que permite la obtención del patrón de difracción SAED.



Nota: Adaptado de (Mendoza Ramirez & Avalos Borja, 2020).

Figura 3.6

Distintos tipos de muestras y el patrón de difracción característico que se obtiene para cada una de estas. (a) Muestra policristalina usada para calibración y (e) su patrón de anillos correspondiente. (b) Difracción de policristales no infinitos y (f) su patrón de anillos discontinuos. (c) Difracción de un solo cristal y su correspondiente (g) difracción de un monocristal. (d) Material amorfo y (h) sus respectivos puntos continuos en el espacio recíproco.



Nota: Adaptado de (Mendoza Ramirez & Avalos Borja, 2020).

Los patrones de difracción de electrones presentados en esta tesis fueron procesados mediante el programa ProcessDiffraction versión 8.7.1 (Lábár, 2000), y comparados con patrones de difracción de rayos X de polvo calculados teóricos. El equipo TEM Hitachi HT7700 usado en esta caracterización está ubicado en el Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), Chihuahua, México.

3.2.3. Espectroscopía de dispersión de energía (EDS)

La técnica de espectroscopia de dispersión de energía (EDS, *energy dispersive spectroscopy*) es un método de detección elemental a través de la recopilación de rayos X característicos inducidos por la radiación del haz de electrones (Figura 3.7). El haz de electrones incidente ioniza los átomos expulsando electrones de valencia. Cuando ocurre la ionización en las capas internas de electrones, un electrón de un orbital electrónico de

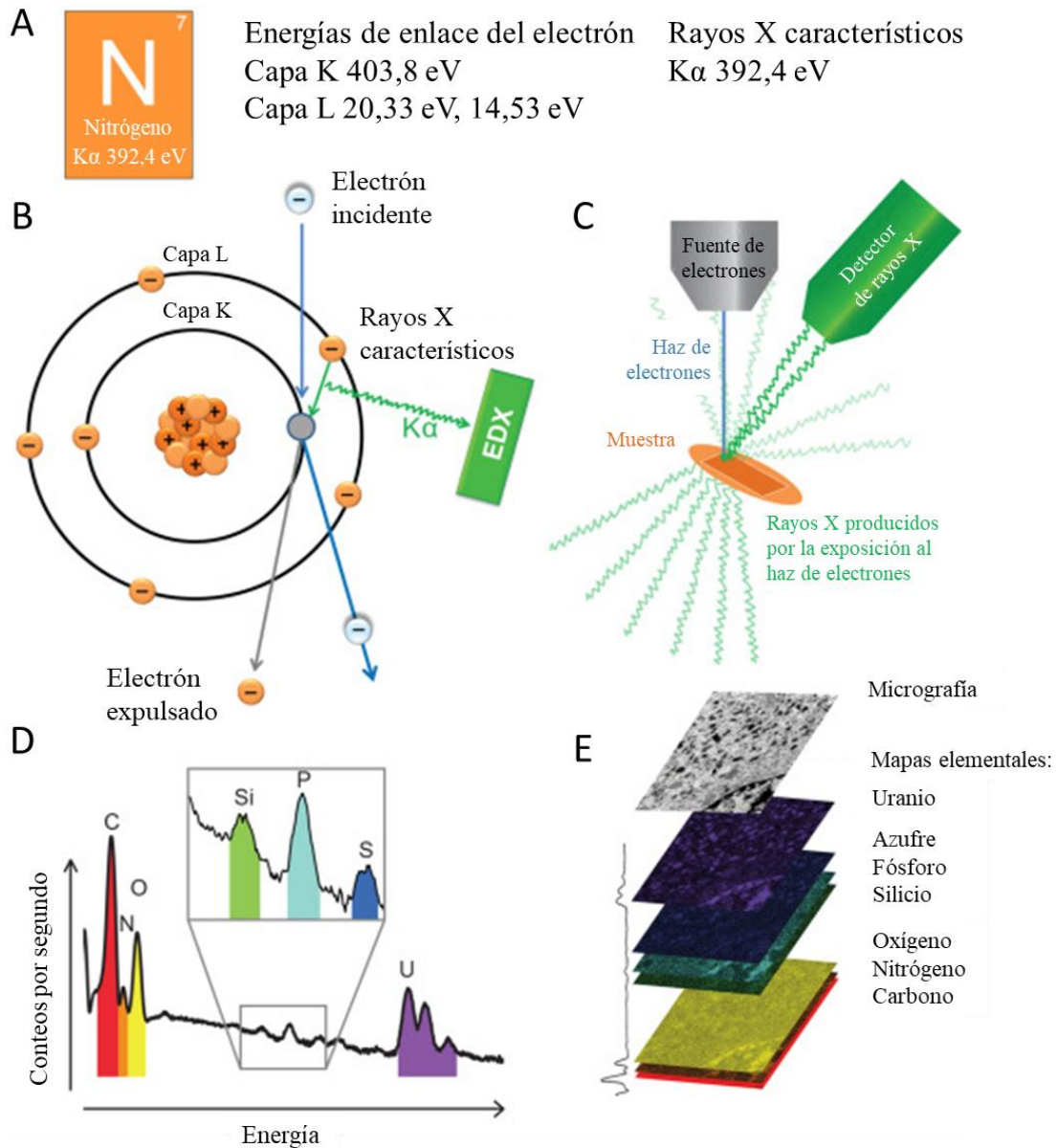
mayor energía llena la vacante creada. La radiación electromagnética liberada es aproximadamente igual al excedente de las energías de enlace de electrones y se clasifica como rayos X (Figura 3.7B), se mapean (Figura 3.7C), lo que da como resultado imágenes de concentraciones elementales (Figura 3.7D y 3.7E) que ayudan en la identificación de características objetivas (Pirozzi *et al.*, 2021). EDS se puede implementar con la adición de un detector de rayos X a un sistema SEM o un sistema TEM con modo STEM.

EDS se utiliza principalmente para el análisis cualitativo de materiales, pero también es capaz de proporcionar resultados semicuantitativos. Las señales producidas en un sistema SEM/EDS incluyen electrones secundarios y retrodispersados que se utilizan en la formación de imágenes para el análisis morfológico, así como rayos X que se utilizan para la identificación y cuantificación de sustancias químicas presentes en concentraciones detectables. El límite de detección en EDS depende de las condiciones de la superficie de la muestra, cuanto más suave sea la superficie, menor será el límite de detección (Wolfgong, 2016). EDS puede detectar elementos mayores y menores con concentraciones superiores al 10 % en peso (mayor) y concentraciones menores (concentraciones entre 1 % y 10 % en peso). El límite de detección para materiales a granel es 0,1 % en peso, por lo que EDS no puede detectar elementos traza¹³. La técnica EDS es capaz de producir mapas de distribución elemental (Nasrazadani & Hassani, 2015).

¹³ Un elemento traza es aquel cuya concentración está por debajo de 100 ppm o 0,01 % peso.

Figura 3.7

Análisis EDS (A) Unión de electrones de nitrógeno y energías de rayos X. (B) Producción de rayos X característicos. (C) Esquema de emisión y detección de rayos X. (D) Espectro de rayos X. (E) Micrografías de cada elemento.



Nota: Adaptado de (Pirozzi *et al.*, 2021).

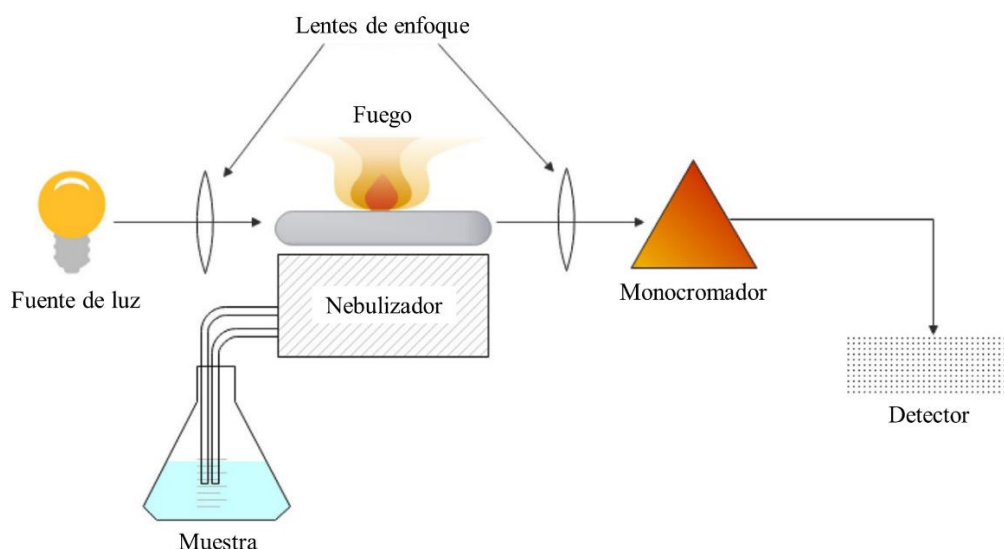
3.2.4. Espectroscopía de absorción atómica (AAS)

La espectroscopía de absorción atómica (AAS, *atomic absorption spectroscopy*) es una técnica que permite cuantificar metales y metaloides, utiliza la absorción de luz a una longitud de onda específica para medir la concentración de átomos en fase gaseosa (Gilmudinov, 2016; Worden, 2004).

Dado que las muestras suelen ser líquidas o sólidas, los átomos o iones de la muestra deben vaporizarse en un horno de llama o de grafito. Como se muestra en la Figura 3.8, un espectrómetro de absorción atómica típico se compone de cuatro componentes principales: fuente de luz, sistema de atomización, espectrómetro y sistema de detección. La fuente de luz más utilizada suele ser una lámpara de cátodo hueco, que se compone de un ánodo de tungsteno y un cátodo del elemento que se está analizando. El AAS de llama solo puede analizar soluciones, las cuales generalmente se aspiran con el flujo de gas en una cámara de nebulización y mezcla para formar pequeñas gotas antes de entrar en la llama (Mohd Fairulnizal *et al.*, 2019; Worden, 2004).

Figura 3.8

Esquema de un espectrómetro de absorción atómica de llama.



Nota: Adaptado de (Mohd Fairulnizal *et al.*, 2019).

Dependiendo del equipo el límite de detección y cuantificación instrumental de la técnica puede variar; sin embargo este suele estar por debajo de 1 ppm (Quino *et al.*, 2007). Una desventaja de estas fuentes de luz de banda estrecha es que solo se puede medir un elemento a la vez (Piccolo & O'Connor, 1968; Worden, 2004).

Para los análisis de AAS presentados en esta tesis, 1 g de PES o 1 g de los compósitos PES-NPs-ZnO fueron sometidos previamente a un tratamiento térmico con

digestión multiácida, posiblemente con ácido nítrico o ácido sulfúrico. Las mediciones fueron realizadas en un espectrómetro de absorción atómica de la marca Perkin Elmer, modelo PinAAcle 900 ubicado en el laboratorio de ensayo e investigación SLab Perú.

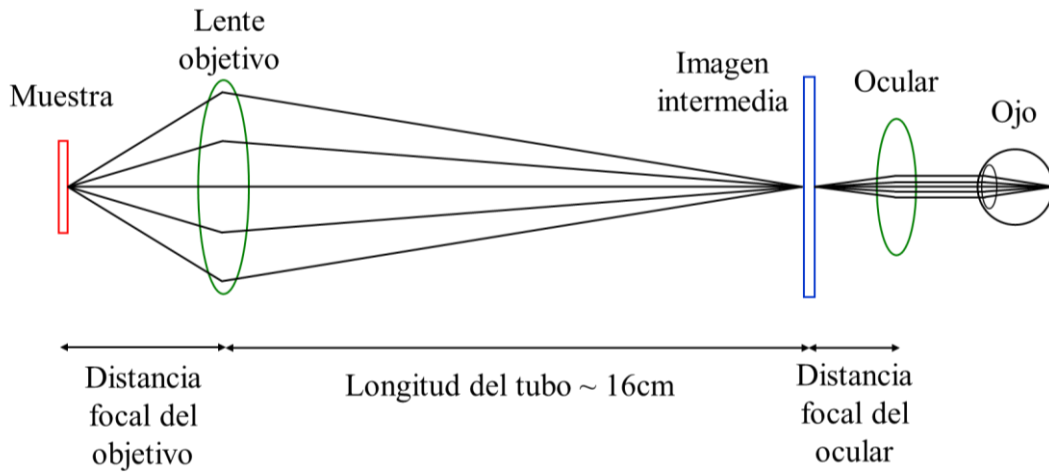
3.2.5. Microscopía óptica (MO)

El ojo puede diferenciar los objetos si están situados a más de 0,1 mm, mirando desde una distancia normal de 25 cm (Naik Kardile, 1975). Para ir más allá de este límite, se necesita un microscopio óptico que permite observar la microestructura de las muestras mediante la transmisión de un haz de luz visible a través de un sistema de lentes (Diaspro *et al.*, 2013). Actualmente, el microscopio compuesto es el más utilizado, ya que permite aumentos del orden de 2kx y un poder de resolución de 0,2 μm (Tortora *et al.*, 2007).

El microscopio simple, también llamado lupa, posee una sola lente para amplificar las imágenes de las muestras. A diferencia del microscopio simple, el microscopio compuesto posee una segunda lente llamada objetivo, la cual hace posible examinar muestras muy pequeñas y algunos de sus detalles más finos. Como se observa en la Figura 3.9, cuando los rayos luminosos procedentes de la fuente de luz pasan a través de la muestra se dirigen al interior del lente objetivo produciendo una imagen intermedia de la muestra. Una imagen intermedia se encuentra a 16 cm después de la apertura trasera del objetivo y es una imagen real e invertida. Esta imagen es ampliada aún más con la lente ocular y finalmente detectada por el ojo o una pantalla de video (Campbell & Reece, 2007; Tortora *et al.*, 2007).

Figura 3.9

Esquema del sistema óptico de un microscopio compuesto.

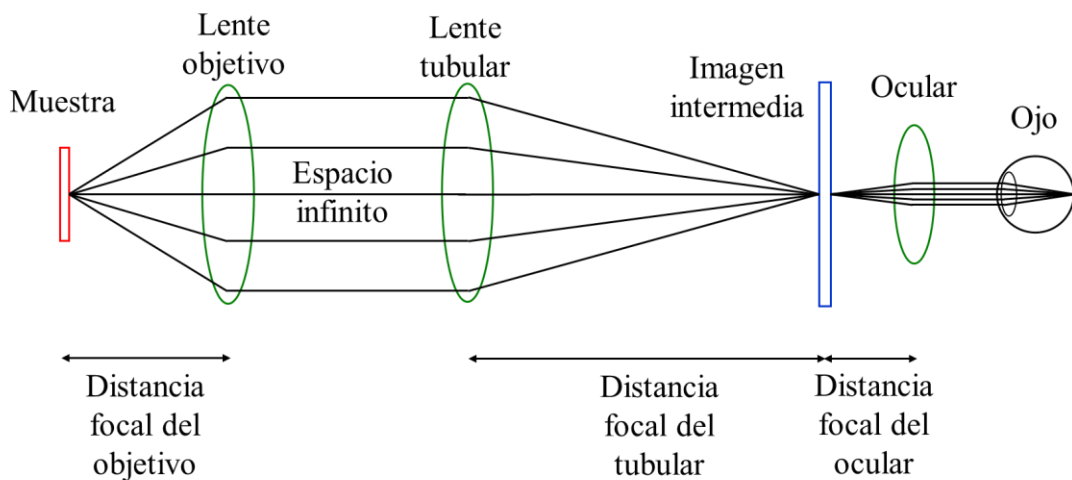


Nota: Adaptado de (Diaspro *et al.*, 2013).

Este diseño del microscopio compuesto no se modificó desde su invención hasta finales de los años ochenta, cuando los fabricantes comenzaron a abordar los objetivos con corrección infinita. Un microscopio con sistema óptico al infinito (Figura 3.10) posee una lente tubular, la cual brinda una región de rayos paralelos entre esta y la lente objetivo. El espacio infinito permite agregar varios tipos de dispositivos ópticos sin introducir aberraciones ópticas o afectar el rendimiento.

Figura 3.10

Esquema de un microscopio con objetivo de corrección infinita.



Nota: Adaptado de (Diaspro *et al.*, 2013).

El PES y los compósitos obtenidos fueron analizados por microscopía óptica para observar su microestructura. Para el análisis se cortaron muestras de 20 mm x 10 mm de zonas elegidas al azar. Posteriormente, fueron inmovilizadas sobre un portaobjetos usando cinta adhesiva doble cara, marca Pegafan. Las muestras se analizaron en un microscopio óptico de luz transmitida AmScope, modelo T610D-IPL-18M3 con una magnificación de 4x y 10x, ubicado en la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

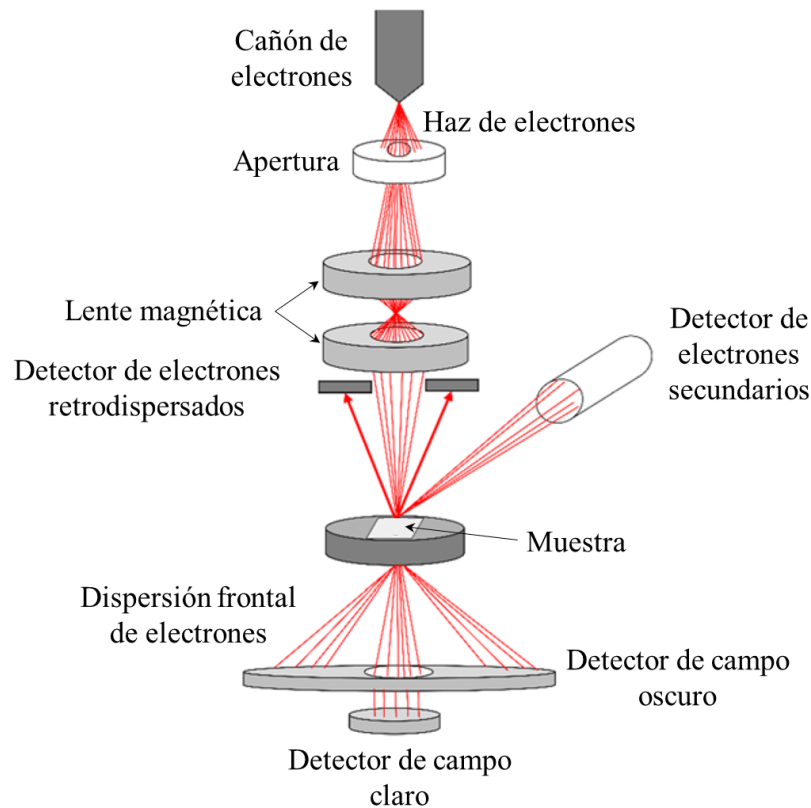
3.2.6. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM, *scanning electron microscopy*) brinda información sobre el tamaño, forma y características de la superficie de la muestra (Vernon-Parry, 2000). De forma general, el SEM consiste en irradiar una muestra con un haz de electrones en alto vacío (10^{-4} Pa- 10^{-5} Pa) y según el tipo de interacción de estos electrones con los átomos de la muestra se forma una imagen (Malenica *et al.*, 2021).

Como se muestra en la Figura 3.11, un microscopio electrónico de barrido consta de tres componentes principales: (i) un cañón que produce un haz de electrones, (ii) lentes magnéticas y aberturas en diafragmas metálicos para dar forma al haz de electrones y guiarlo hacia la muestra o un detector, y (iii) detectores, que recogen las señales resultantes de las interacciones del haz de electrones con la muestra y las convierten en una imagen o un gráfico (Malenica *et al.*, 2021).

Figura 3.11

Representación esquemática de un microscopio electrónico de barrido.

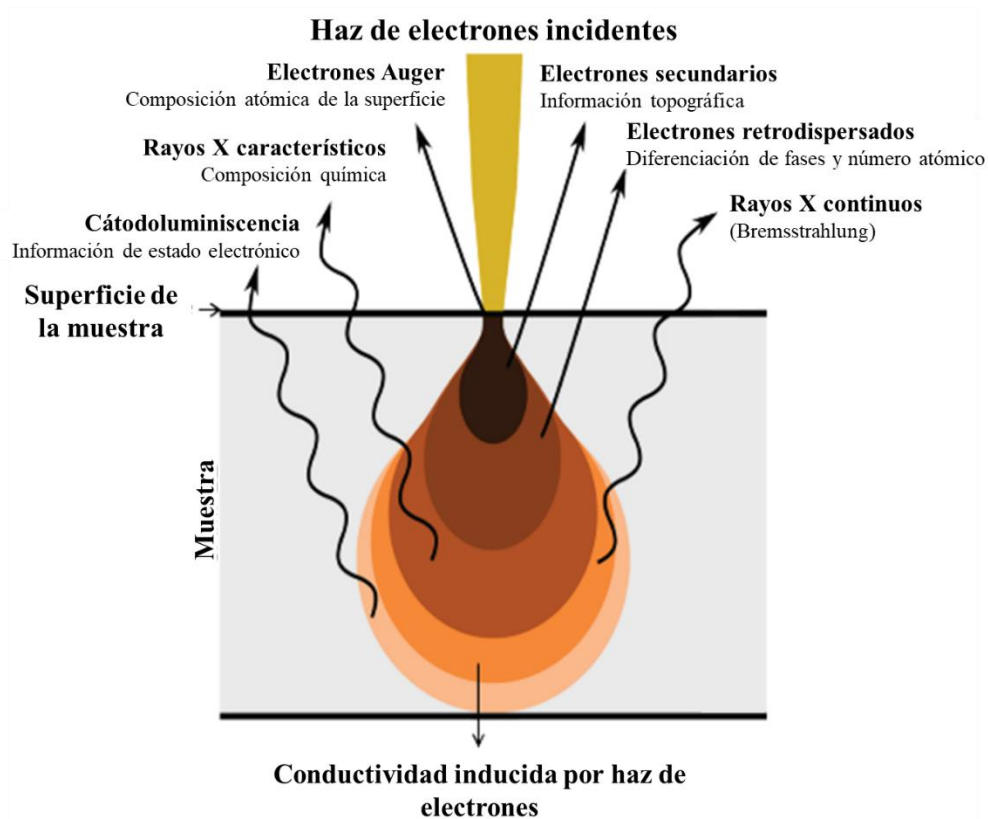


Nota: Adaptado de (Malenica *et al.*, 2021).

Derivado de las diversas interacciones entre la superficie de la muestra y el haz de electrones se pueden recopilar varias señales para crear una imagen. Cuando el haz de electrones principal interactúa con la muestra, los electrones experimentan pérdida de energía debido a la dispersión aleatoria repetida y a la absorción dentro de una región en forma de lágrima de la muestra denominada volumen de interacción, representado en la Figura 3.12. La extensión de este área de interacción varía según la energía con la que el electrón llega, así como el número atómico y la densidad de la muestra, cubriendo un rango que va desde menos de 100 nm hasta alrededor de 10 μm en la superficie (Subramanian *et al.*, 2018).

Figura 3.12

Representación de las diferentes interacciones entre el haz de electrones incidente.



Nota: Adaptado de (Subramanian *et al.*, 2018).

Las interacciones entre el haz de electrones incidentes y la muestra se pueden clasificar en dos categorías principales: interacciones elásticas e inelásticas. La dispersión elástica se produce cuando el electrón incidente se desvía por el núcleo atómico de la muestra o por los electrones de la capa externa con una energía similar. Este tipo de interacción se caracteriza por una pérdida de energía insignificante durante la colisión y un cambio direccional de ángulo amplio para el electrón disperso. Los electrones incidentes que se dispersan elásticamente en un ángulo mayor a 90° se conocen como electrones retrodispersados, los cuales poseen alta energía y se emplean para distinguir áreas con elementos de diferente número atómico. Los elementos con un número atómico elevado emiten más electrones retrodispersados, lo que resulta en una apariencia más brillante en comparación con los elementos de número atómico más bajo (Zhou *et al.*, 2007).

Por otro lado, la dispersión inelástica tiene lugar mediante diversas interacciones entre los electrones incidentes y los átomos de la muestra, resultando en la transferencia de una cantidad significativa de energía al átomo implicado. La cantidad de energía disipada varía según si los electrones de la muestra se excitan de manera individual o colectiva, así como la energía de enlace entre el electrón y el átomo. La excitación de los electrones de la muestra conlleva a la generación de electrones secundarios, definidos generalmente como aquellos con energías menores a 50 eV, que se emplean principalmente para revelar las características topográficas de una muestra. Además, cuando un haz de electrones impacta en una muestra, se originan otras señales, como la emisión de electrones Auger, la catodoluminiscencia y los rayos X (Zhou *et al.*, 2007).

Los electrones Auger poseen baja energía y proporcionan información sobre la distribución de los elementos atómicos con números más ligeros en la superficie de la muestra. Respecto a la catodoluminiscencia, se produce cuando la energía de los electrones que inciden se convierte en luz visible. Ciertos tipos de compuestos son capaces de luminiscencia catódica y son detectados por tipos especiales de detectores (Subramanian *et al.*, 2018).

Los rayos X continuos o de Bremsstrahlung se producen por el frenado de los electrones incidentes debido a las interacciones coulombianas con el núcleo de la muestra. Estos se utilizan para medir el espesor de la masa de la muestra cuando se realiza un análisis cuantitativo en secciones delgadas (Subramanian *et al.*, 2018). Los rayos X característicos son generados cuando el electrón incidente de alta energía elimina un electrón de la capa interna y un electrón de la capa externa se mueve hacia el orbital vacío. Esto desencadena una progresión de saltos electrónicos de los niveles de mayor a menor energía, emitiendo rayos X característicos para cada elemento. Los equipos SEM con detector de rayos X de dispersión de energía (EDS) permiten el análisis elemental o la caracterización química de una muestra (Vernon-Parry, 2000).

Todas las micrografías SEM presentadas en este trabajo fueron obtenidas en un microscopio electrónico de barrido Hitachi SU3500 operado a un voltaje de aceleración de 15 kV, ubicado en el Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), Chihuahua, México.

3.2.7. Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

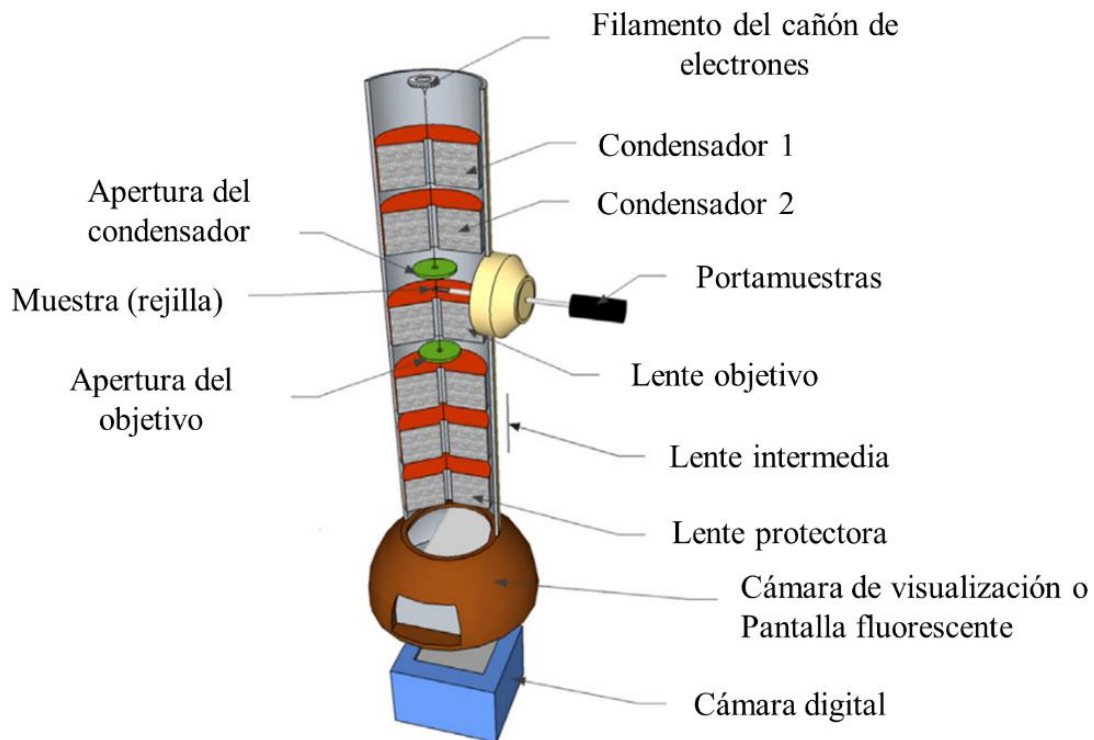
La microscopía electrónica de transmisión (TEM, *transmission electron microscopy*), es una poderosa técnica de caracterización de materiales que proporciona información estructural, morfológica y química a nanoescala o incluso a nivel subnanométrico (Sciau, 2016). El TEM tiene la capacidad de capturar imágenes con un nivel de detalle que es inaccesibles para los demás tipos de microscopios (Escalante, 2019).

Los equipos TEM aceleran los electrones con energía que oscila entre 100 eV y 300 keV y se utilizan para analizar muestras muy delgadas, usualmente de un grosor menor a 100 nm (Reimer, 2008). Este tipo de microscopio funciona con la ayuda de lentes electromagnéticos (lentes condensadoras) que utiliza para enfocar un haz de electrones generado por un filamento en el cañón de electrones que ilumina la muestra y forma una imagen (lente objetivo). La imagen virtual formada por la lente del objetivo es luego ampliada por lentes electromagnéticos posteriores en una pantalla fluorescente, cámara digital o película en algunos casos (Mudalige *et al.*, 2018). La Figura 3.13 muestra una sección transversal de un TEM típico.

La mayoría de los compuestos sólidos pueden ser estudiados por TEM en la medida en que no sean destruidos por el haz de electrones. Sin embargo, esta técnica requiere preparación, a menudo prolongada y delicada, de las muestras para reducir el espesor a cien nanómetros. La calidad de la información recopilada depende en gran medida de la calidad de la preparación (Sciau, 2016).

Figura 3.13

Representación de un microscopio electrónico de transmisión.



Nota: Adaptado de (Mudalige *et al.*, 2018).

Por lo general, las muestras son suspendidas sobre los agujeros cuadrados de un disco circular de lámina de cobre de 3 mm denominada rejilla de microscopía electrónica. Para ello, el material es finamente pulverizado y después suspendido en etanol o acetona. Luego, un par de gotas de esta dispersión son depositadas sobre la rejilla, se deja evaporar el solvente y, finalmente, la muestra es introducida en el microscopio electrónico de transmisión (Escalante, 2019).

Para este trabajo se emplearon dos equipos TEM, un Jeol JE2200FS y un Hitachi HT7700. El voltaje de aceleración empleado fue de 100 kV. La metodología empleada fue similar a la descrita anteriormente. Se deshilacharon las fibras y luego las fibrillas del textil funcionalizado, se introdujeron en isopropanol y se sonicaron por 15 min. Se colocaron un total de 6 gotas sobre la rejilla de cobre, dado que con 2 o 3 gotas no se observaron las NPs en el TEM. Finalmente, se dejó evaporar el isopropanol y se llevó al TEM para su

análisis. Los equipos usados en esta caracterización están ubicados en el Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), Chihuahua, México.

3.2.8. Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico (TGA, *thermogravimetric análisis*) es una técnica de análisis térmico en la que se estudia la variación de la masa de una sustancia en función del tiempo o la temperatura, bajo una atmósfera controlada (Loganathan *et al.*, 2017; Menczel, 2020; Prime *et al.*, 2008). El TGA brinda información sobre fenómenos físicos como los cambios de peso y de fase. La variación de peso se registra cuando la muestra es calentada o enfriada de manera controlada, cuando la variación de peso se registra en función del tiempo, se denomina modo isotérmico, y cuando se registra en función de la temperatura se denomina modo escaneo. De manera similar, provee información sobre transformaciones químicas, como la degradación de polímeros, la quimisorción, la deshidratación, la descomposición y las reacciones de gas sólido y gas fundido (Loganathan *et al.*, 2017; Menczel, 2020).

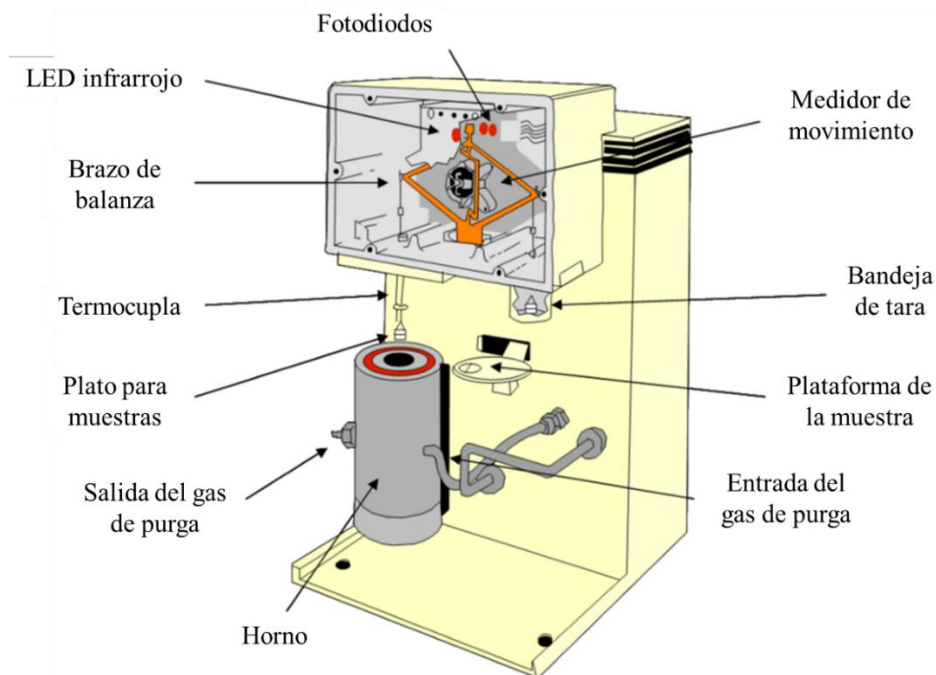
Los TGA comerciales suelen ser capaces de alcanzar temperaturas de 1000 °C o superiores. Estos dispositivos utilizan un gas con el fin de crear una atmósfera específica, que puede ser inerte (usando nitrógeno, argón o helio), oxidante (con aire u oxígeno) o reductora (por ejemplo, 8 % - 10 % de hidrógeno en nitrógeno). Los polímeros suelen experimentar pérdida de masa, la cual puede ser atribuida a sustancias volátiles como vapor de agua, solventes o compuestos orgánicos de bajo peso molecular, los cuales tienden a evaporarse a temperaturas menores a 300 °C. La eliminación de estos residuos volátiles generalmente demandan temperaturas que oscilan entre 200 °C y 800 °C (Prime *et al.*, 2008).

La Figura 3.14 ilustra el diseño del equipo termogravimétrico utilizado, el cual incluye una bandeja resistente al calor que contiene una muestra expuesta a temperaturas cercanas a los 1000 °C. Durante el proceso de calentamiento, se mantiene una atmósfera

constante en el horno mediante una mezcla gaseosa inerte u oxidativa. Antes de iniciar el análisis, se establece un equilibrio físico en una posición neutral, donde cantidades equivalentes de luz son detectadas por dos fotodiodos. Posteriormente, cualquier cambio en la masa de la muestra inicial resulta en una alteración en este equilibrio neutral, lo que provoca una discrepancia en la cantidad de luz recibida por los fotodiodos. En consecuencia, se aplica una corriente al medidor de movimiento para restablecer la balanza a la posición nula. Por ende, el cambio en la masa se puede calcular en función de la corriente necesaria para restaurar la posición nula (S. M. Hunter, 2012).

Figura 3.14

Diagrama de un equipo de TGA Q500.



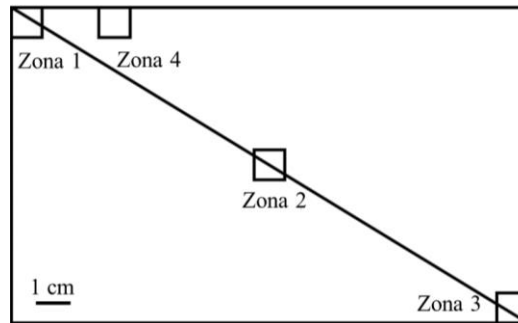
Nota: Adaptado de (Hunter, 2012).

El análisis térmico durante este trabajo se realizó utilizando un TA Instruments Q500 TGA para proporcionar el análisis termogravimétrico. En los experimentos, aproximadamente 20 mg de muestra se calentó desde temperatura ambiente hasta 800°C, con una rampa de calentamiento de 10 °C/min y bajo atmosfera de aire. Con el objetivo de analizar distintas zonas de un mismo compósito y evaluar la distribución en toda su extensión, se cortaron 3 o 4 muestras como se presenta en la Figura 3.15, las cuales fueron

analizadas en el capítulo 4. El equipo usado para esta caracterización está ubicado en el Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), Chihuahua, México.

Figura 3.15

Zonas del compósito PES-NPs-ZnO usadas para el TGA.



3.2.9. Propiedades físicas

Los ensayos físicos fueron realizados al PES y al compósito PES-NPs-ZnO-6, con el objetivo de evaluar cambios en las propiedades físicas tras el proceso de funcionalización.

i. Determinación de la densidad de hilos

La densidad de hilos se determinó de acuerdo con la norma ASTM D 3775-17. Se contó el número de hilos en el sentido de urdimbre¹⁴ y trama¹⁵ usando un cuentahilos de 1 plg².

ii. Gramaje

Esta evaluación se realizó de acuerdo con la norma ASTM D 3776-17. Se eligieron distintas áreas de cada muestra utilizando un sacabocado de 100 cm². Luego de pesar las áreas seleccionadas, se calculó el gramaje del tejido, en g/m².

¹⁴ Conjunto de hilos verticales paralelos entre sí, que al pasar por ellos otros hilos forman un tejido.

¹⁵ Conjunto de hilos horizontales que, cruzados con los de la urdimbre, forman un tejido.

iii. Resistencia al desgarre

La resistencia al desgarre se realizó de acuerdo con la norma ASTM D 1424-09. Este método permite determinar la fuerza requerida para propagar un desgarro de una sola rasgadura a partir de un corte en una tela. Se utilizó un equipo de tipo péndulo descendente (Elmendorf). Se cortaron tiras de tela de 100 mm x 63 mm en sentido de urdimbre y trama. Luego, se calculó la resistencia al desgarro usando la siguiente fórmula (Kampeerapappun, 2018).

$$\text{Resistencia al desgarro} = 64 \times \text{escala de lectura (N)} \quad (6)$$

3.2.10. Espectroscopía de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)

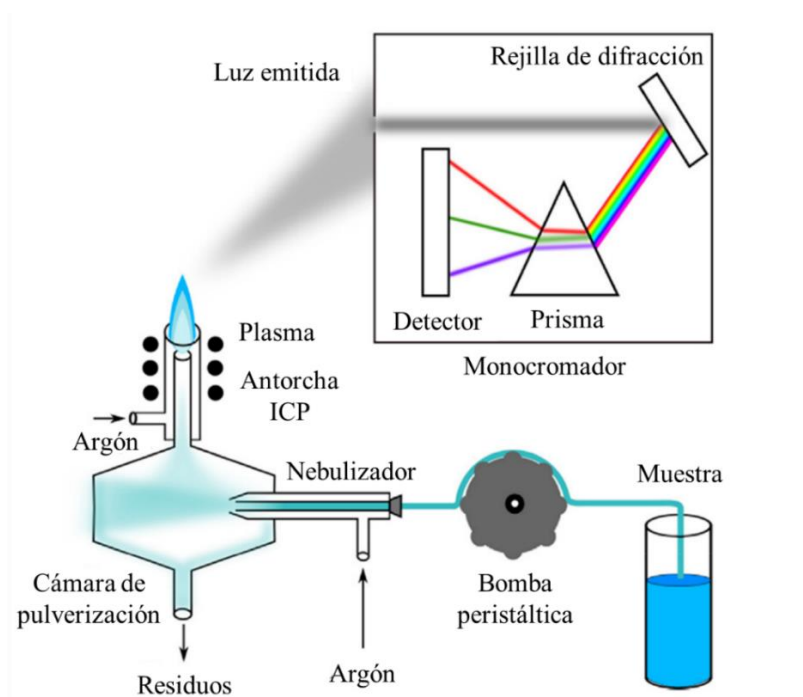
La espectroscopia de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES, *inductively coupled plasma optical emission spectroscopy*), también conocida como espectroscopia de emisión atómica ICP (ICP-AES, *inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy*), es otra técnica de análisis elemental. Un equipo de ICP-OES se compone de tres partes básicas: un sistema de introducción de muestras, una antorcha de plasma y un sistema de detección (Mudalige *et al.*, 2018).

En la Figura 3.16 se presenta un esquema de un equipo ICP-OES (Cherevko & Mayrhofer, 2018). Para la ICP-OES, las muestras que contienen el analito de interés generalmente se introducen como soluciones ácidas. La muestra líquida se bombea mediante una bomba peristáltica al sistema de introducción de muestras de ICP, que consiste en un nebulizador y una cámara de pulverización. En el nebulizador, el flujo de aire se usa para romper la interfaz líquido-gas y formar un aerosol (nebulosa). Dentro de la cámara de pulverización, el aerosol se separa por el tamaño de las gotas, lo que permite que solo una pequeña parte del líquido avance hacia el plasma. Este último se forma cuando el argón o el nitrógeno se insertan en un fuerte campo electromagnético variable en el tiempo. Posteriormente, las partículas de aerosol transferidas al plasma se vaporizan,

atomizan e ionizan. La energía del plasma que opera es de 6000 K, lo suficientemente alto para excitar electrones en átomos e iones a niveles de energía más altos. Al relajarse de un estado excitado, estos iones emiten fotones de longitudes de onda características, únicas para cada elemento. La luz emitida que contiene numerosas longitudes de onda se enfoca en una red de difracción y un prisma, que se utilizan para dividir y separar los espectros en sus longitudes de onda componentes. Además, al contar los fotones emitidos, es posible la detección precisa de la cantidad de ciertos elementos en el líquido inicial. Para la detección se pueden utilizar fotomultiplicadores o fotodetectores.

Figura 3.16

Esquema de funcionamiento de un equipo ICP-OES.



Nota: Adaptado de (Cherevko & Mayrhofer, 2018).

Mediante ICP-OES se puede cuantificar casi todos los elementos de la Tabla Periódica con límites de detección en el rango de microgramos por litro a miligramos por litro. Esta técnica de análisis elemental tiene un amplio rango dinámico de concentración y es capaz de realizar análisis cuantitativos multielementales en un período de 1 min. Debido a que ICP-OES es muy sensible, resulta apropiada para el análisis de elementos en muy bajas concentraciones (De la Guardia & Armenta, 2011).

La cantidad de Zn contenida en el textil funcionalizado se cuantificó por el análisis de ICP-OES, este se realizó en un espectrofotómetro modelo iCAP 7000 marca Thermo ScientificTM en el CIMAV, de Chihuahua en México.

3.2.11. Determinación del factor de protección ultravioleta (UPF)

Las pruebas para determinar la capacidad de un textil para proteger contra la radiación ultravioleta se pueden realizar mediante pruebas de laboratorio *in vivo* o mediciones instrumentales *in vitro*. Por lo que se utilizan dos términos: factor de protección solar (SPF por sus siglas en inglés *sun protection factor*) para pruebas *in vivo* y factor de protección ultravioleta (UPF por sus siglas en inglés *ultraviolet protection factor*) para evaluación instrumental *in vitro* (Sarkar, 2005).

El término UPF ha sido ampliamente adoptado por la industria textil en todo el mundo para denotar la capacidad protectora en función de medidas instrumentales y se define en el estándar australiano/neozelandés AS/NZS 4399:1996 (Australia/New Zealand Standard®, 1996). UPF es la relación entre la radiación ultravioleta (UV) efectiva promedio calculada para la piel sin protección y la radiación UV efectiva promedio calculada para la piel protegida por el tejido de prueba (Scott, 2005).

El factor de protección ultravioleta (UPF) de una muestra constituye el parámetro fundamental para indicar la capacidad de un tejido en brindar protección contra la radiación ultravioleta (UV). La evaluación cuantitativa del UPF de un tejido se realiza para determinar la eficacia de su protección contra la radiación UV en la piel humana. La determinación del UPF implica la medición de diversos especímenes de tejidos extraídos de la muestra, con ajustes estadísticos considerados en el proceso de cálculo.

El UPF de la muestra se calcula con base en la fórmula (Algaba & Riva, 2002):

$$UPF = \frac{\sum_{290}^{400} \frac{nm}{nm} E_{\lambda} S_{\lambda} \Delta\lambda}{\sum_{290}^{400} \frac{nm}{nm} E_{\lambda} S_{\lambda} T_{\lambda} \Delta\lambda} \quad (7)$$

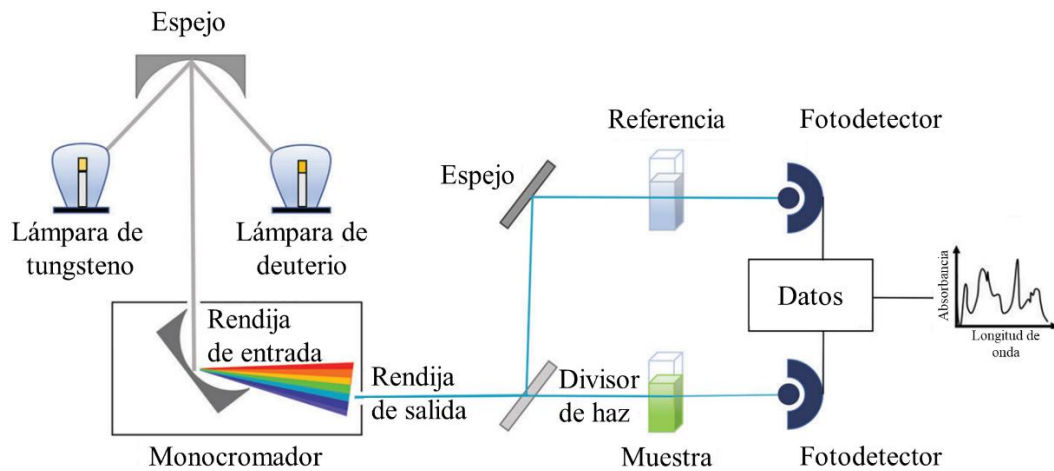
Donde E_λ = espectro eritemal, S_λ = irradiancia espectral solar en $\text{Wm}^{-2} \text{nm}^{-1}$, T_λ = transmitancia espectral del tejido, $\Delta\lambda$ = intervalo de longitud de onda en nm y λ = longitud de onda en nm.

Los espectrofotómetros UV-Vis operan con una o dos fuentes de luz que emiten longitudes de onda en el rango de 200 nm a 1100 nm. Usualmente, se emplean lámparas de deuterio para generar intensidad en longitudes de onda cortas de 200 nm a 400 nm, mientras que las lámparas de tungsteno suministran intensidad en longitudes de onda más largas, superiores a 400 nm (Shard *et al.*, 2020). En la Figura 3.17 se muestra que la salida de la lámpara se divide mediante un espejo monocromático en dos trayectorias: una que contiene la muestra y otra que sirve como ruta de referencia. Los fotodetectores al final de cada trayectoria registran los valores de las intensidades del camino de la muestra (I) y la intensidad del camino de referencia (I_0). Posteriormente, se define la transmitancia (T) como la relación entre I e I_0 , ya que es la intensidad de la luz incidente en el detector lo que determina el alcance de la medición (Bachmann & Miller, 2020; Rocha *et al.*, 2018).

Los resultados de UPF presentados en esta tesis fueron obtenidos usando la norma AATCC TM183-1998. Para el análisis se realizaron 3 mediciones y en cada una de ellas la muestra fue girada 45° con respecto a la posición de la medición anterior. El equipo utilizado para medir el UPF de los compósitos fue el espectrofotómetro SPECTRONIC CAMSPEC modelo 550 UV-Vis, ubicado en la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

Figura 3.17

Esquema de un espectrofotómetro UV-Vis de doble haz.



Nota: Adaptado de (Rocha *et al.*, 2018).

3.3. Resistencia al lavado

El ensayo de resistencia al lavado se realizó usando la norma ISO 105 C06: 2010 - Test: B1M la cual simula cinco ciclos de lavado doméstico en máquina.

Todos los ensayos de resistencia al lavado fueron realizados en un equipo Datacolor, modelo Ahiba IR. La solución de lavado fue preparada al disolver 4 g de detergente sin blanqueador óptico fueron en 1 l de agua destilada. Después, 10 g de cada compósito fueron introducidos en recipientes metálicos que contenían 150 ml de la solución de lavado. Además, fueron añadidas 50 billas de acero para simular el efecto de la fricción que se da en un lavado convencional en máquina. Los recipientes sellados fueron calentados a 50 °C (rampa 2 °C/min) por 45 min rotando a 40 rpm. Transcurrido este tiempo, la muestra fue enjuagada con 100 ml de agua destilada a una temperatura de 40°C. Por último, se secó a 60 °C en una estufa. Las muestras fueron etiquetadas como PES-NPs-ZnO-P-L, donde P indica el porcentaje en masa de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ con respecto a la masa de PES.

3.4. Actividad antibacteriana

Las pruebas de actividad antibacteriana fueron realizadas bajo el método AATCC Test Method 147-2004 (American association of textile chemists and colorists, 2010). Brevemente, 15 ± 2 ml de agar nutritivo esterilizado son vertidos en cada placa de Petri de fondo plano estándar (\varnothing 100 mm x 15 mm) y dejar que el agar gelifique firmemente antes de inocular. Para preparar el inóculo, se transfieren $1,0 \pm 0,1$ ml de un caldo de cultivo de 24 h a $9,0 \pm 0,1$ ml de agua destilada estéril y se mezcla hasta homogenizar. Posteriormente, se procede a la inoculación usando un asa de 4 mm, la cual se carga con el inóculo diluido que es transferido a la superficie de la placa de agar estéril. Con el asa cargada con el inóculo se hacen cinco rayas de aproximadamente 60 mm de largo, separadas 10 mm hasta cubrir el área central de la placa Petri estándar, evitando romper la superficie del agar. Para asegurar un contacto íntimo con la superficie del agar, se presiona la muestra suavemente de manera transversal a través de las cinco líneas de inóculo. Finalmente, la placa se incuba a 37 ± 2 °C durante 18-24 h.

Para los ensayos antibacterianos se usaron cepas de *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus*. Las muestras evaluadas fueron PES, PES-NPs-ZnO-P y PES-NPs-ZnO-P-L (P = 0,5; 2; 6; 10; 20 y 30). Todos los ensayos fueron realizados en Biodes Laboratorios Soluciones Integrales S.R.L., ubicado en Tumbes, Perú.

Capítulo IV. Resultados y discusiones

En este capítulo se describe la caracterización estructural, morfológica, termogravimétrica y física de los compósitos obtenidos en este trabajo. Asimismo, se reportan los resultados de las pruebas de resistencia al lavado y propiedad antimicrobiana que se realizaron a los compósitos seleccionados.

4.1. Caracterización estructural y elemental

La cristalinidad de PES y todos los compósitos PES-NPs-ZnO obtenidos fue estudiada por DRX; mientras que su composición química fue determinada por AAS y SEM-EDS. Además, la estructura cristalina y composición química de las NPs-ZnO removidas de la matriz de PES fueron investigadas por SAED y TEM-EDS, respectivamente. Los resultados de estas caracterizaciones se presentan a continuación.

4.1.1. Espectroscopía de absorción atómica (AAS)

La cuantificación de Zn en el PES y en los compósitos obtenidos fue realizada por AAS, se asume que el contenido de Zn es proporcional a la cantidad de ZnO presente en los compósitos. La concentración de Zn determinada para el PES es 79 mg Zn/kg, indicando la presencia de especies de Zn como impurezas. Como se observa en la Figura 4.1, la concentración de Zn en los compósitos aumenta con el incremento de la cantidad de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ añadida en el proceso de funcionalización. Sin embargo, se observa que el contenido de Zn es constante a partir del compósito PES-NPs-ZnO-6 (Tabla 4.1), sugiriendo que la saturación de PES con ZnO se alcanza a una concentración promedio de $7,3 \pm 1,1$ g ZnO/kg compósito, aproximadamente. Debido a que la concentración se mantiene constante, el PES-NPs-ZnO-6 fue usado como el compósito de referencia en algunas caracterizaciones posteriores. Por otra parte, el menor contenido de Zn determinado para las muestras PES-NPs-ZnO-8, PES-NPs-ZnO-10 y PES-NPs-ZnO-30 puede ser atribuido a la distribución no homogénea del Zn sobre la superficie del PES.

Figura 4.1

Resultados de la cuantificación de Zn por AAS en el PES y los compósitos PES-NPs-ZnO.

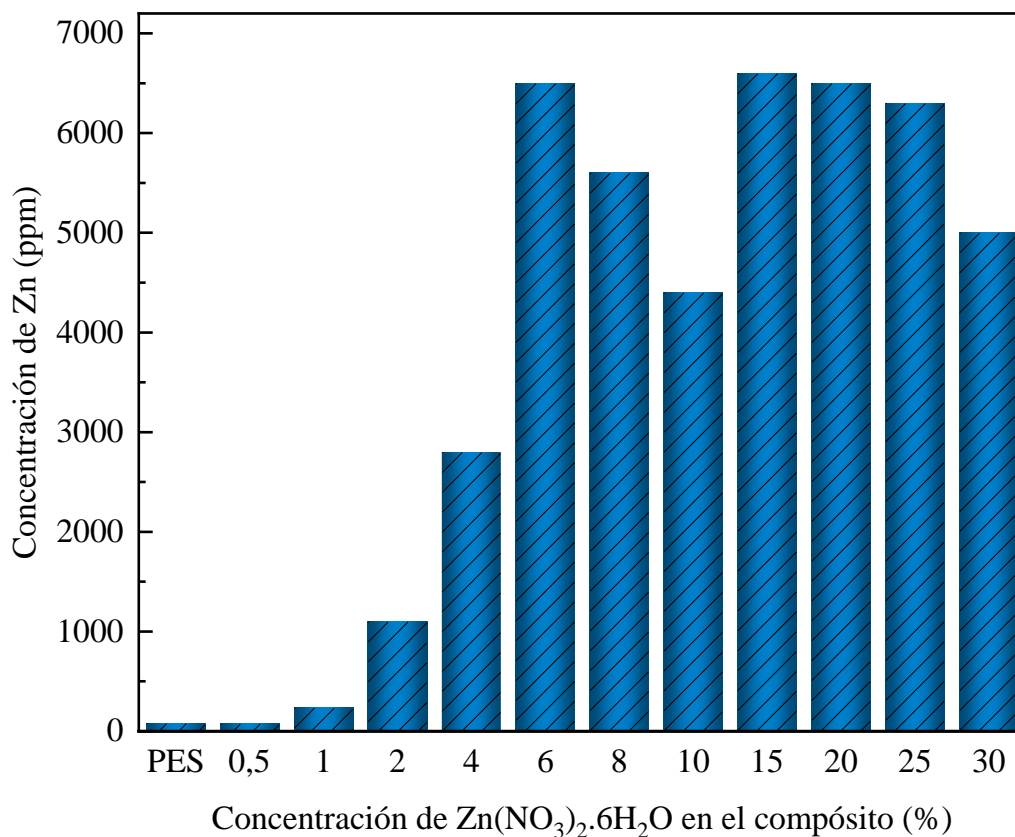


Tabla 4.1

Contenido de Zn determinado por AAS y concentración calculada de ZnO para los compósitos PES-NPs-ZnO.

Muestra	Concentración Zn (ppm)	Concentración ZnO (ppm)	Masa de ZnO (mg/g compósito)
PES	79	98	0,1
PES-NPs-ZnO-0,5	75	94	0,1
PES-NPs-ZnO-1	234	291	0,3
PES-NPs-ZnO-2	1100	1369	1,4
PES-NPs-ZnO-4	2800	3485	3,5
PES-NPs-ZnO-6	6500	8091	8,1
PES-NPs-ZnO-8	5600	6970	7,0
PES-NPs-ZnO-10	4400	5477	5,5
PES-NPs-ZnO-15	6600	8215	8,2
PES-NPs-ZnO-20	6500	8091	8,1
PES-NPs-ZnO-25	6300	7842	7,8
PES-NPs-ZnO-30	5000	6224	6,2

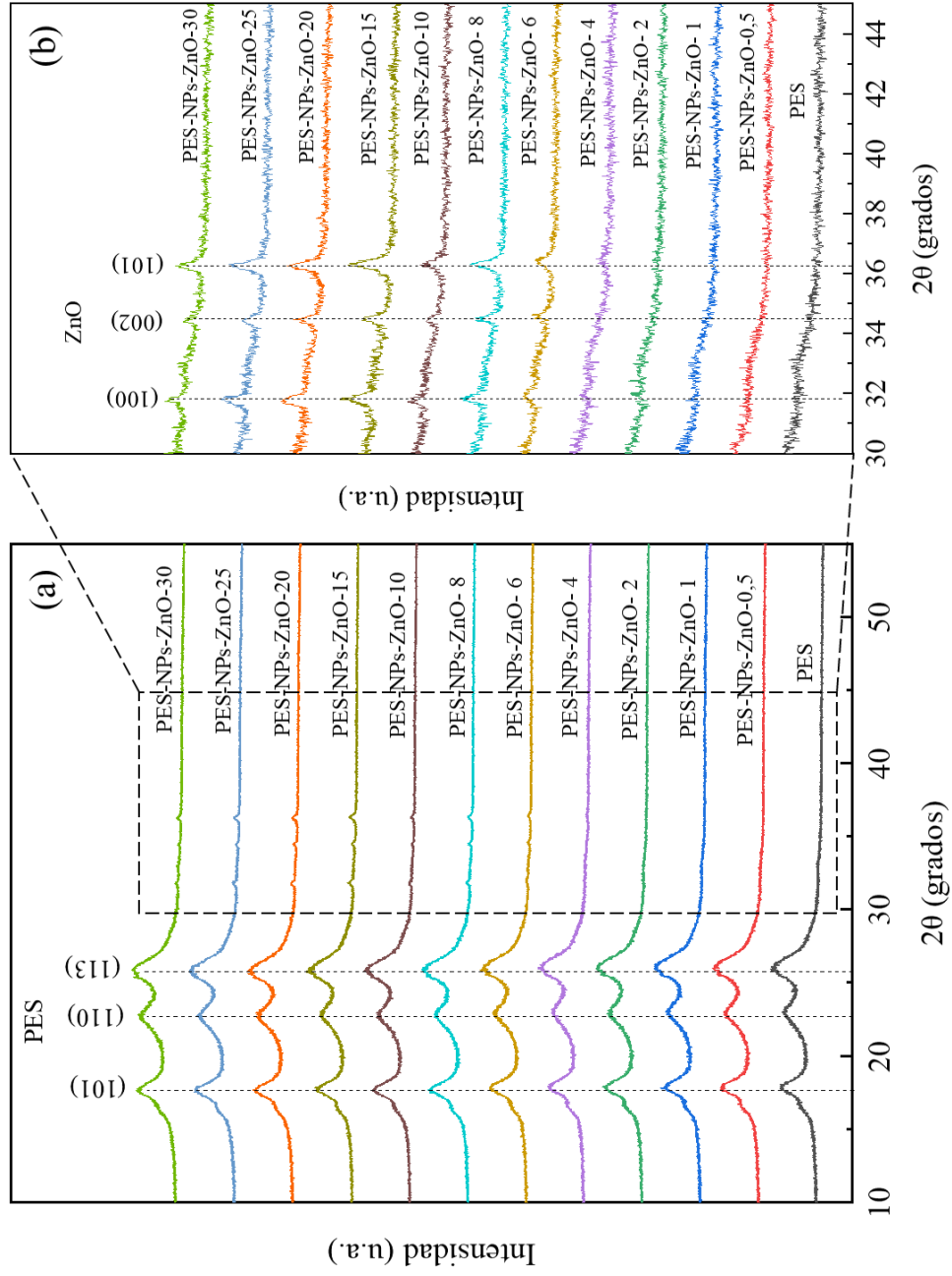
4.1.2. Difracción de rayos X (DRX)

A partir de las concentraciones de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y NaOH mostradas en la Tabla 3.1 se obtuvieron distintos compósitos de PES-NPs-ZnO, los cuales fueron analizados por DRX. Como se observa en la Figura 4.2a, los difractogramas de todas las muestras exhiben picos de reflexión en $2\theta = 17,8^\circ$; $23,0^\circ$ y $25,8^\circ$ los cuales corresponden a los planos cristalinos (101), (110) y (113), respectivamente, característicos del PES de acuerdo con la tarjeta ICDD Nro. 49-2301 (Zhao *et al.*, 2018). En el difractograma de los compósitos PES-NPs-ZnO-0,5; PES-NPs-ZnO-1 y PES-NPs-ZnO-2 no se observan las reflexiones correspondientes al ZnO (Figura 4.2b), sugiriendo la ausencia o una baja concentración del ZnO (menor del 1 %) impregnado en la matriz de PES, posiblemente debido a la baja concentración de Zn^{2+} usada durante su preparación. Estos resultados concuerdan con lo observado en AAS.

Para los compósitos PES-NPs-ZnO-4, PES-NPs-ZnO-6, PES-NPs-ZnO-8, PES-NPs-ZnO-10, PES-NPs-ZnO-15, PES-NPs-ZnO-20, PES-NPs-ZnO-25 y PES-NPs-ZnO-30, los patrones DRX muestran una serie de reflexiones de baja intensidad en $2\theta = 31,9^\circ$; $34,6^\circ$ y $36,4^\circ$ asignadas a los planos (100), (002) y (101), respectivamente; los cuales corresponden con la estructura cristalina del ZnO en la fase wurtzita según la carta cristalográfica ICDD Nro. 36-1451 (Feng *et al.*, 2016). La presencia de estas reflexiones son el resultado del aumento en el contenido de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en la reacción, lo que provoca el crecimiento de los cristales de ZnO inmovilizados sobre la superficie del PES en estos compósitos.

Figura 4.2

Patrones de DRX de PES y composites PES-NPs-ZnO obtenidos a partir de las concentraciones de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ y NaOH indicadas en la Tabla 3.1.

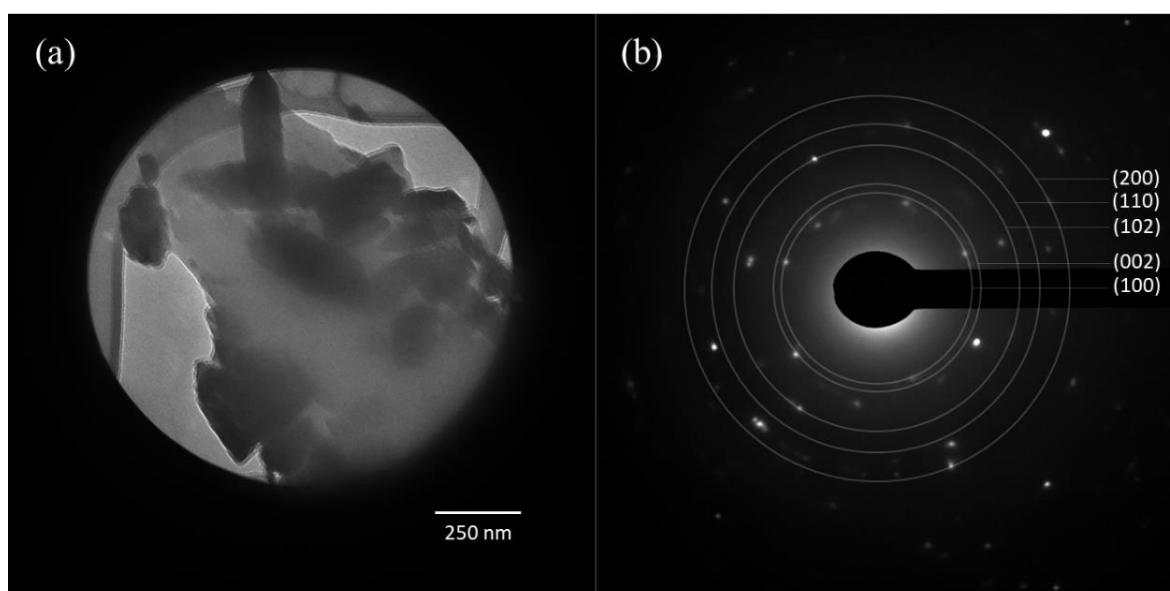


4.1.3. Difracción de electrones de área selecta (SAED)

En la Figura 4.3a se presenta la micrografía TEM del área selecta para obtener el patrón de difracción de electrones del compuesto PES-NPs-ZnO-6. En el patrón SAED mostrado en la Figura 4.3b se observan anillos concéntricos correspondientes a los planos (100), (002), (102), (110) y (200) de la fase wurtzita, que corroboran los resultados encontrados en DRX. Los puntos brillantes discontinuos observados en la imagen SAED revelan la naturaleza policristalina de las NPs-ZnO.

Figura 4.3

(a) Imagen TEM y (b) patrón SAED del PES-NPs-ZnO-6.



4.1.4. Espectroscopía de dispersión de energía (EDS)

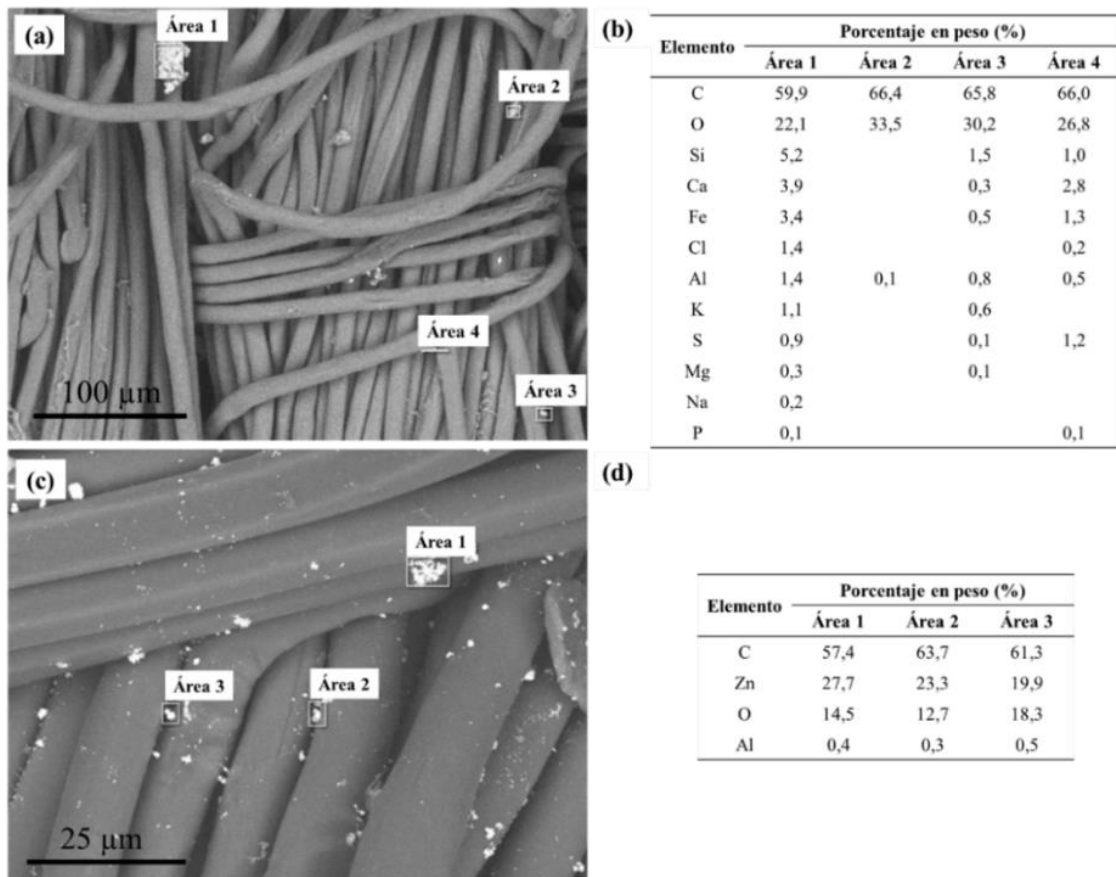
El PES y el compuesto PES-NPs-ZnO-6 también fueron caracterizados por SEM-EDS. La micrografía SEM del PES (Figura 4.4a) muestra partículas en la superficie de las fibrillas, las cuales tienen un diámetro aproximado de 10 μm . Estas partículas presentan un tamaño en el orden de decenas de micrómetros. El análisis cualitativo por EDS de distintas áreas del PES (Figura 4.4b) indica que estas partículas están constituidas principalmente por carbono y oxígeno, además de otros elementos traza. Estas partículas que no corresponden al PES, también llamadas impurezas, pueden provenir de

carbonatos, silicatos o de otros reactivos usados en el proceso de fabricación del PES (W.-C. Yang *et al.*, 2021).

Como se observa en la Figura 4.4c, la micrografía SEM del compuesto PES-NPs-ZnO-6 muestra conglomerados de partículas, sin una morfología definida, con un tamaño menor que el de las impurezas, y distribuidas sobre la superficie del PES. El análisis de EDS de las partículas localizadas en distintas áreas del compuesto PES-NPs-ZnO-6 (Figura 4.4d) revela la presencia de Zn que corrobora la inmovilización de NPs-ZnO sobre la superficie del PES. Resultados similares se han descrito para compósitos de PES-ZnO obtenidos por distintos métodos (Nourbakhsh *et al.*, 2018; Poortavasoly & Montazer, 2014; Shahin & Montazer, 2021).

Figura 4.4

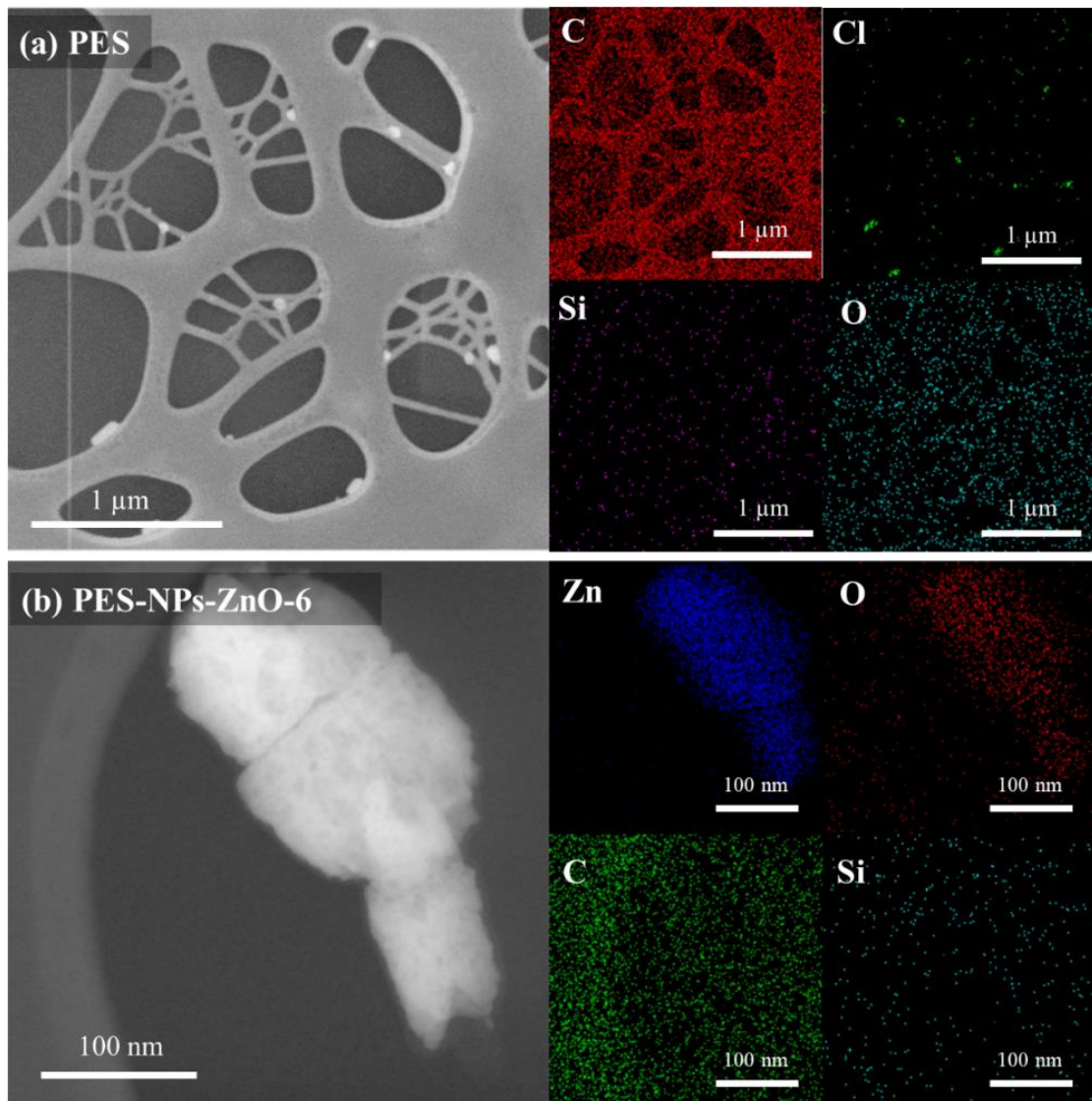
Imágenes SEM y tabla de resultados del análisis elemental EDS del (a y b) PES y (c y d) PES-NPs-ZnO-6.



Las impurezas en el PES también fueron observadas por TEM-EDS (Figura 4.5a). Como se ilustra en el mapeo elemental por EDS, estas partículas están constituidas principalmente por cloro, lo cual puede provenir de los reactivos usados en el proceso de fabricación del PES. Para el compósito PES-NPs-ZnO-6, la Figura 4.5b muestra al menos tres conglomerados nanométricos alargados y con forma de ovoide, los cuales están constituidos por NPs compuestas de Zn y O. Estos resultados confirman que el proceso de funcionalización permite la formación e inmovilización simultánea de NPs-ZnO en la superficie del PES.

Figura 4.5

Mapeo elemental por TEM-EDS de (a) PES y (b) PES-NPs-ZnO-6.



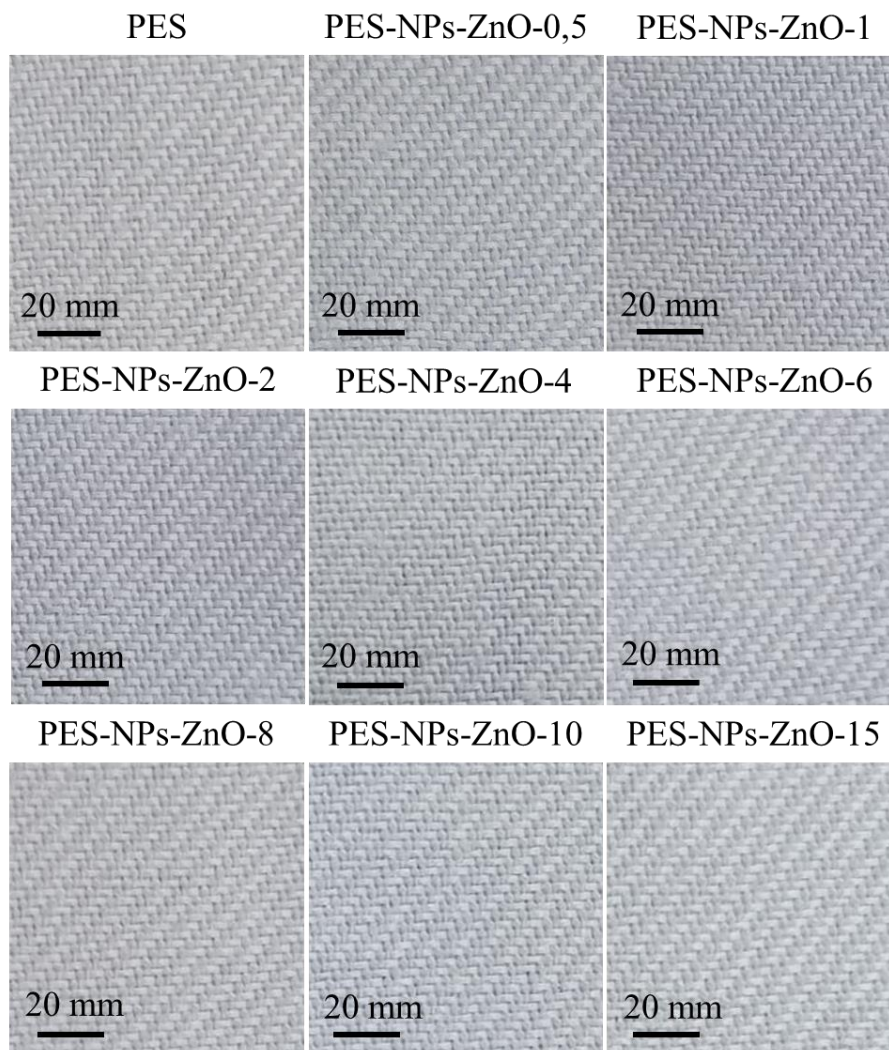
4.2. Caracterización morfológica

En esta sección se describe la caracterización de la superficie del PES y algunos compósitos por MO, SEM y TEM.

La Figura 4.6 muestra fotografías del PES, los compósitos PES-NPs-ZnO-0,5; PES-NPs-ZnO-1; PES-NPs-ZnO-2; PES-NPs-ZnO-4; PES-NPs-ZnO-6; PES-NPs-ZnO-8; PES-NPs-ZnO-10 y PES-NPs-ZnO-15. Las fotografías de la Figura 4.6 revelan que el PES presenta un tejido tipo sarga con un patrón de 3:1 correspondientes al número de hilos de urdimbre:trama. A nivel macroscópico, no se perciben cambios en la apariencia física entre el PES y los compósitos.

Figura 4.6

Imágenes fotográficas de PES y compósitos PES-NPs-ZnO.



La superficie del PES y el compuesto PES-NPs-ZnO-6 también fue caracterizada por MO, con una magnificación de 4x y 10x. En la Figura 4.7 se verifica el tejido tipo sarga de PES con un patrón urdimbre:trama de 3:1. Cada fibra, con un grosor de 200 μm aproximadamente, está constituida por fibrillas o filamentos finos, cuya alineación se modifica ligeramente durante el proceso de funcionalización. Además, la imagen del compuesto revela que el grosor de las fibras se reduce a 160 μm , aproximadamente, durante la funcionalización. También se observa en la Figura 4.7a que las dimensiones de los hilos de urdimbre (líneas azules) aumentan de 590 μm a 760 μm , mientras que los hilos de trama (líneas rojas) se reducen de 320 μm a 210 μm , aproximadamente. Por último, los puntos negros observados en las imágenes de PES y PES-NPs-ZnO-6, a 4x y 10x, son atribuidas a las impurezas detectadas por EDS.

Mismos resultados fueron obtenidos por el análisis de las muestras por SEM, las micrografías son presentadas en la Figura 4.8. En las imágenes de PES tomadas a una magnificación de 150x, se observan partículas blancas que son atribuidas a las impurezas detectadas por EDS, mientras que las partículas dispersas observadas en el compuesto corresponden al ZnO (Figura 4.8a). Al incrementar la magnificación a 10kx, la micrografía de PES muestra una fibrilla con un diámetro aproximado de 12 μm , en su superficie se observa una partícula en forma de plaqueta irregular. Para el compuesto (Figura 4.8b), la micrografía muestra un conglomerado con forma irregular y un tamaño de 3 μm aproximadamente. Así mismo, en la imagen se observan otros conglomerados dispersos cuyas dimensiones se encuentran en el orden de los cientos de nanómetros. De acuerdo con la micrografía, estos conglomerados de ZnO se encuentran incrustados o depositados en la superficie de la fibrilla de PES.

Figura 4.7

Imágenes de microscopía óptica de PES y PES-NPs-ZnO-6 obtenidas con una magnificación de (a) 4x y (b) 10x.

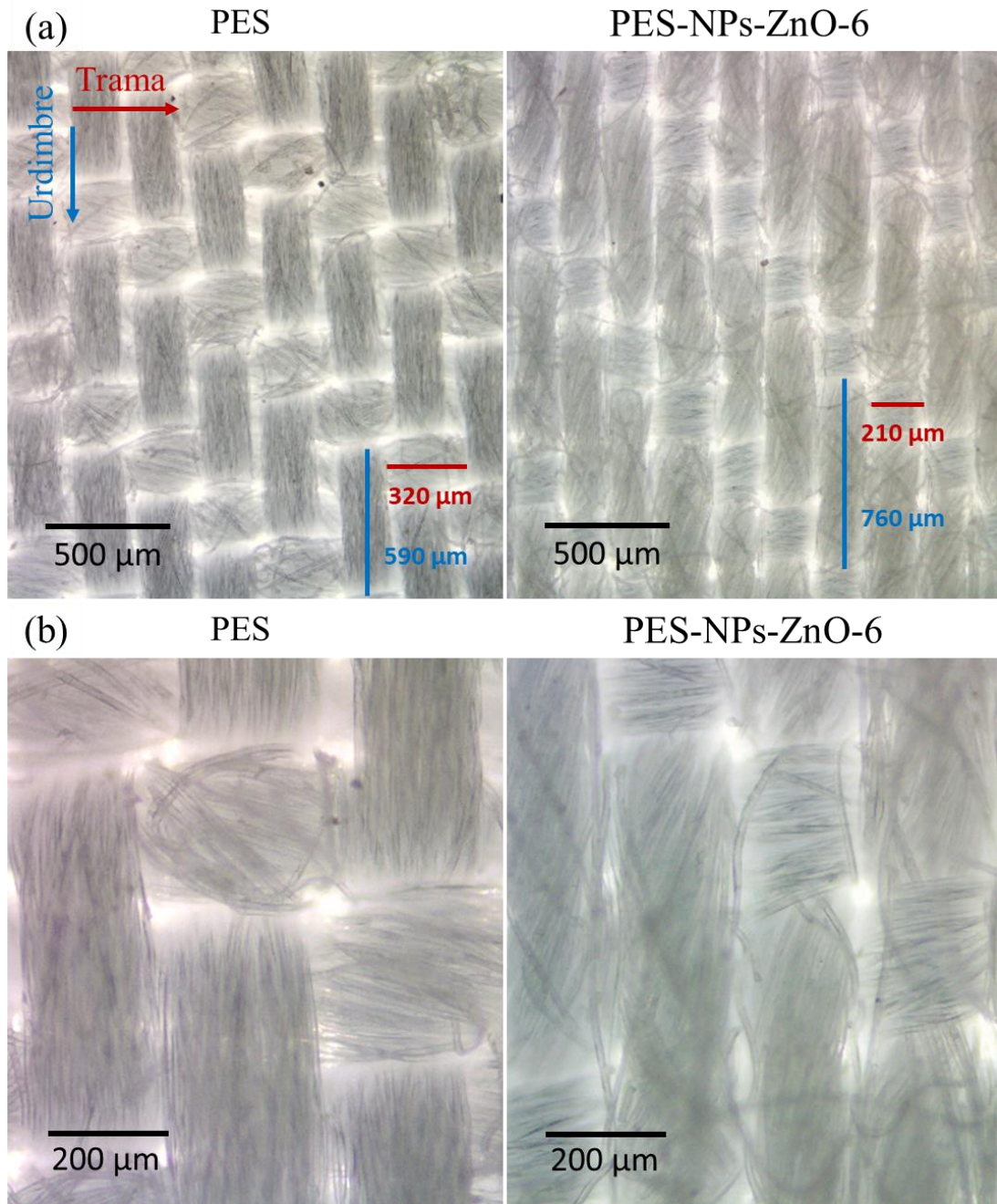
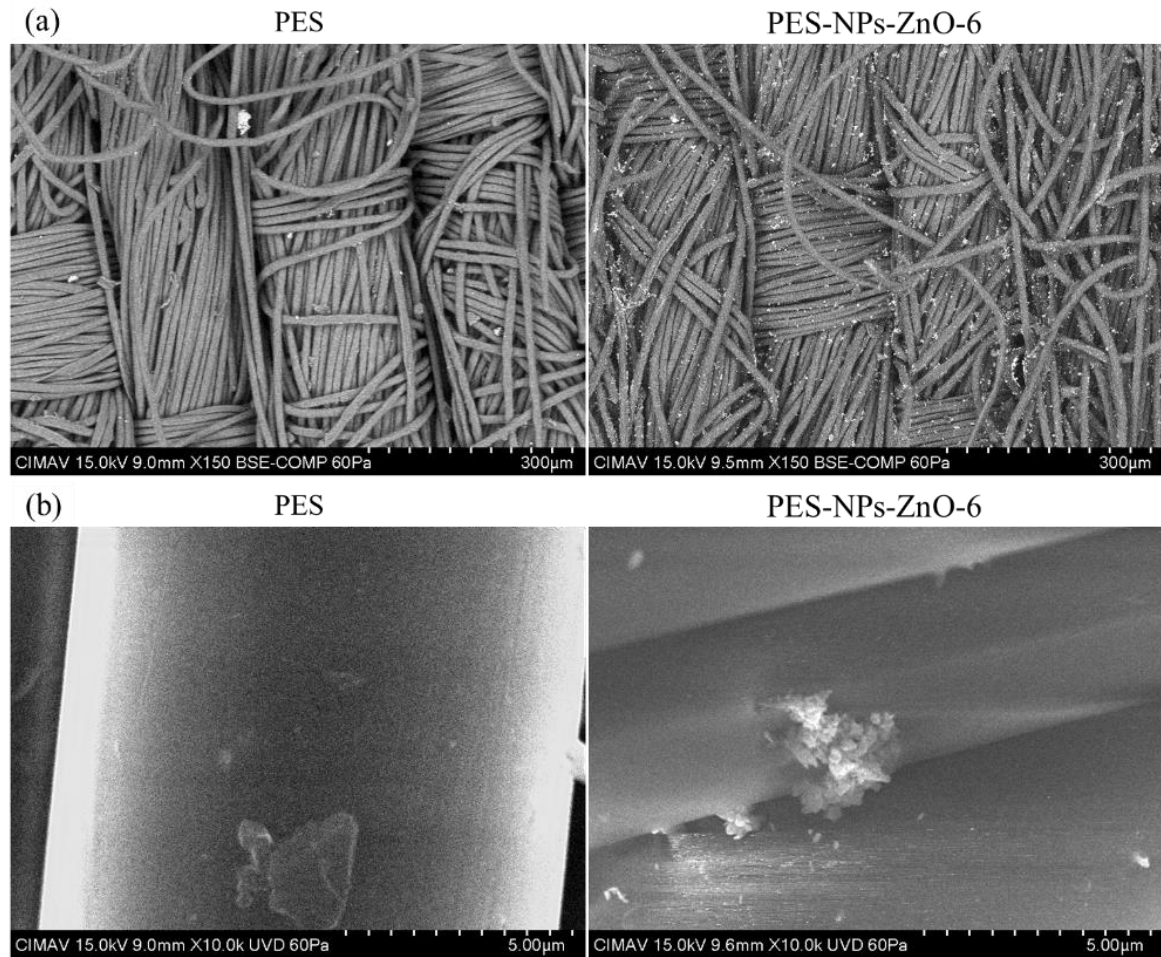


Figura 4.8

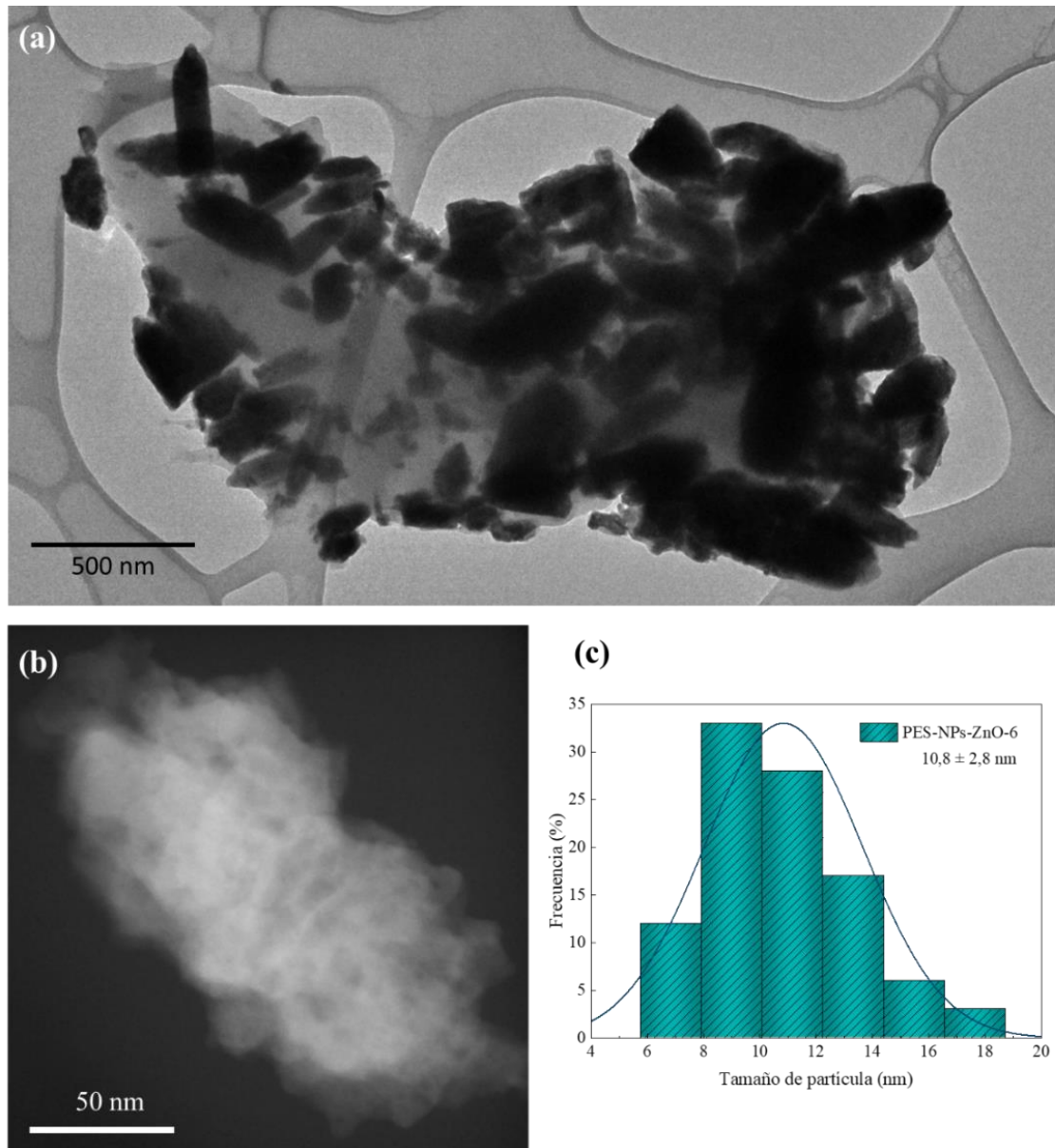
Imágenes SEM de PES y PES-NPs-ZnO-6 obtenidas con una magnificación de (a) 150x y (b) 10kx.



La micrografía TEM del compuesto PES-NPs-ZnO-6, presentada en la Figura 4.9a, muestra estructuras con forma ovoidal y con tamaños menores a 1 μm . Las variaciones en la intensidad de la escala de grises revelan que estas estructuras son conglomerados de NPs-ZnO. De acuerdo con la micrografía STEM, mostrada en la Figura 4.9b, cada conglomerado está constituido por NPs-ZnO en forma de plaquetas irregulares. La gráfica presentada en la Figura 4.9c, muestra que las NPs poseen un tamaño promedio de $10,8 \pm 2,8$ nm.

Figura 4.9

Micrografías (a) TEM, (b) STEM y (c) gráfica de distribución de tamaños de NPs en el compuesto PES-NPs-ZnO-6.



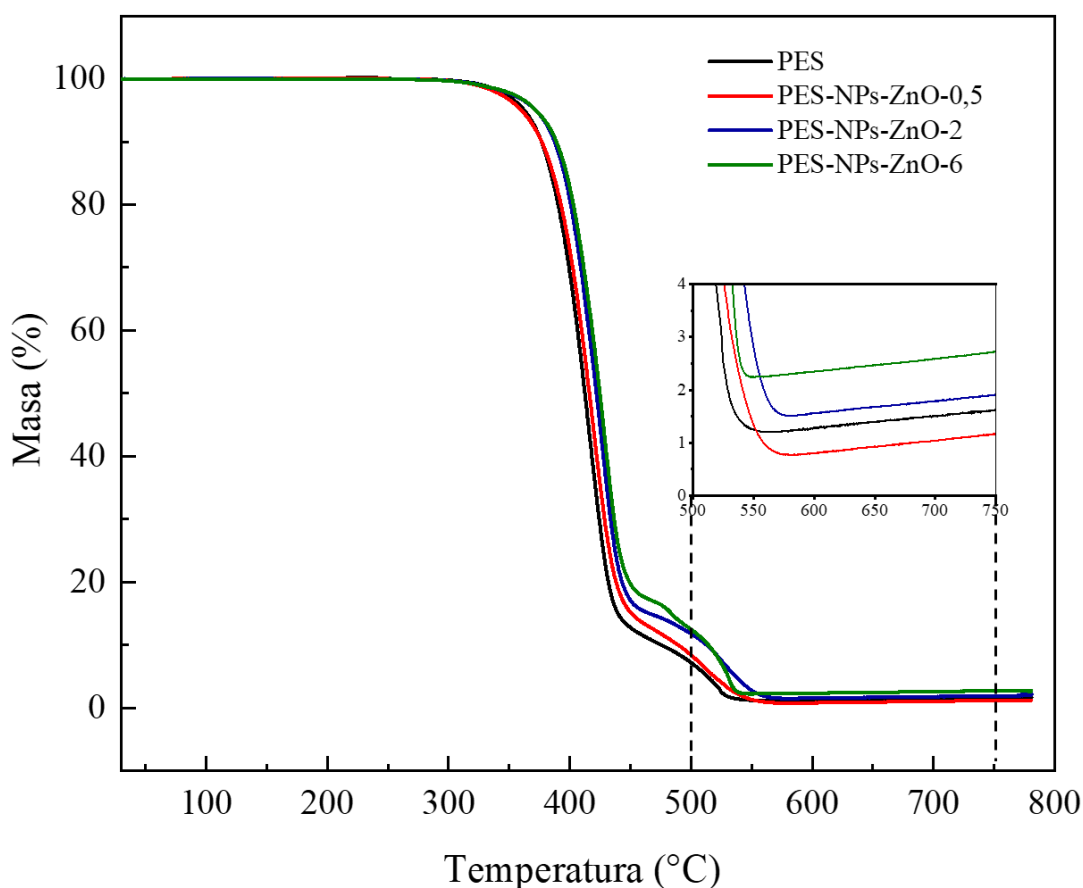
4.3. Análisis termogravimétrico (TGA)

La estabilidad térmica del PES y de los compósitos PES-NPs-ZnO-0,5, PES-NPs-ZnO-2 y PES-NPs-ZnO-6 fue estudiada por TGA. De acuerdo con el termograma presentado en la Figura 4.10, la descomposición térmica del PES (línea negra) ocurre en tres etapas. La etapa inicial consiste en una pérdida de masa del 0,4 % entre 30 °C y 300°C debido a la liberación de la humedad absorbida físicamente por la superficie del tejido

(Barani, 2014). La segunda etapa es la mayor pérdida de masa, 85 %, que ocurre entre 300 °C y 440 °C. Esta pérdida se atribuye a la ruptura de la cadena del PES descrita como despolimerización (Franco-Urquiza *et al.*, 2020). La tercera etapa ocurre entre 440 °C y 550 °C con una pérdida de masa de 13,3 % debido a la degradación oxidativa completa del PES (Küçük & Öveçoğlu, 2018). Los residuos de 1,3 % son atribuidos a las impurezas inorgánicas encontradas en el PES, lo cual corresponde con lo observado en AAS, EDS y SEM.

Figura 4.10

Análisis termogravimétrico para PES y compósitos de PES-NPs-ZnO obtenidos para diferentes cantidades de porcentaje de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, según se indica en la Tabla 3.1. El inset muestra el rango de temperaturas entre 500 °C y 750 °C.



El comportamiento térmico de los compósitos PES-NPs-ZnO-0,5 (línea roja); PES-NPs-ZnO-2 (línea azul) y PES-NPs-ZnO-6 (línea verde) es similar al observado para el PES (Figura 4.10), pero con diferencias en la masa residual, como se muestra en la Tabla

4.2. Debido a la incorporación de ZnO, los compósitos pueden generar una mayor cantidad de residuos inorgánicos que el PES. No obstante, el PES exhibe mayor masa residual que PES-NPs-ZnO-0,5, con 1,3 % y 0,8 %, respectivamente. Esto puede atribuirse a las impurezas encontradas en la superficie de PES antes de la funcionalización. Para los compósitos PES-NPs-ZnO-2 y PES-NPs-ZnO-6, la masa residual aumenta de 1,5 % a 2,3 %, lo cual concuerda con el incremento en el contenido de Zn determinado por AAS. Por lo tanto, más recubrimiento de ZnO en la superficie da como resultado una mayor masa residual (Hazarika *et al.*, 2015).

Tabla 4.2

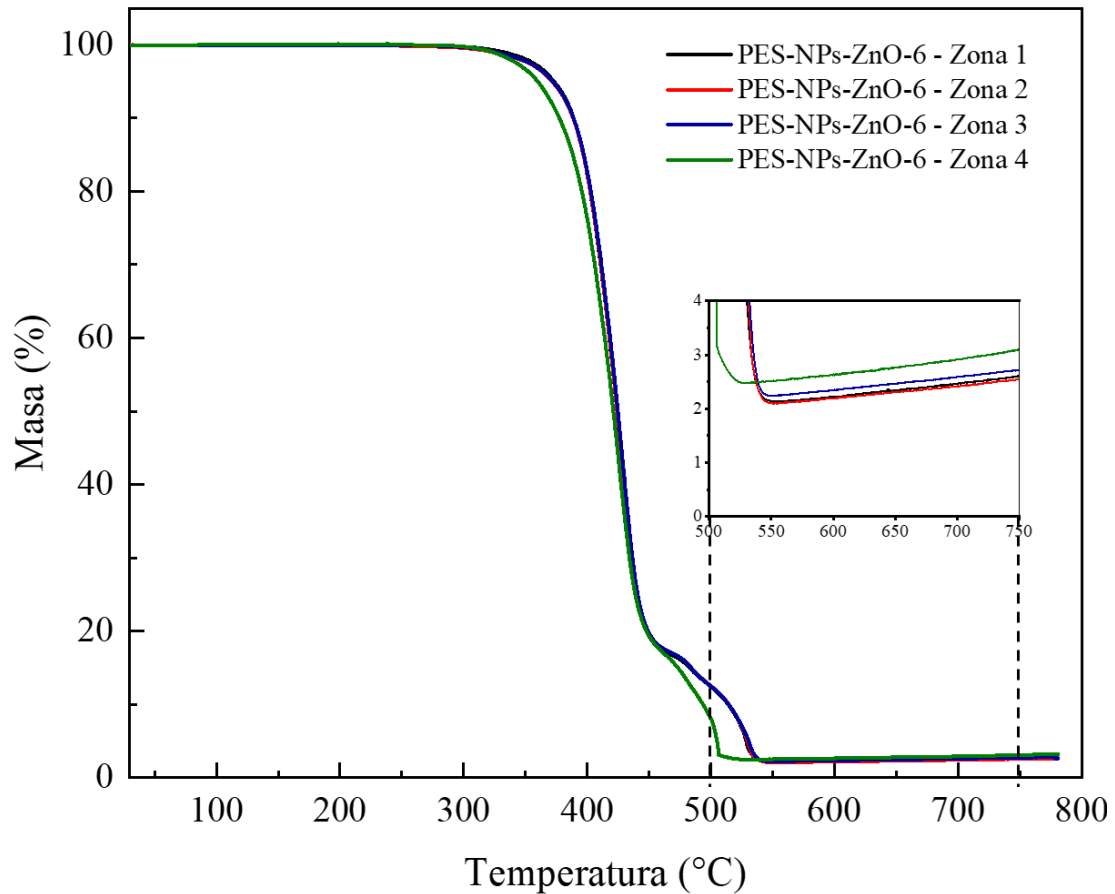
Masa residual determinada y calculada a partir de los resultados del TGA para algunos compósitos PES-NPs-ZnO.

Muestra	Masa del compósito analizado (mg)	Masa residual (%)	Masa residual (ppm)	Masa residual (mg/1g compósito)
PES	17,45	1,3	13000	13,34
PES-NPs-ZnO-0,5	18,00	0,8	8000	8,47
PES-NPs-ZnO-2	17,70	1,5	15000	15,62
PES-NPs-ZnO-6	17,42	2,3	23000	23,57

Para investigar la distribución homogénea de las NPs-ZnO sobre el PES, se analizaron distintas zonas del compósito PES-NPs-ZnO-6. La Figura 4.11 muestra distintas masas residuales, con un promedio de $2,78 \pm 0,29$ %. Este resultado corrobora la distribución no homogénea de las NPs-ZnO sobre el PES, según lo determinado por AAS.

Figura 4.11

Análisis termogravimétrico para distintas zonas del compuesto PES-NPs-ZnO-6, según se indica en la Figura 3.15. El inset muestra el rango de temperaturas entre 500 °C y 750 °C.



4.4. Caracterización física

La Tabla 4.3 muestra los resultados del título y la densidad de hilos¹⁶ para las muestras PES y PES-NPs-ZnO-6, mientras que la Tabla 4.4 presenta los resultados de gramaje de PES y los compósitos. PES-NPs-ZnO-0,5; PES-NPs-ZnO-2; PES-NPs-ZnO-6 PES-NPs-ZnO-10; PES-NPs-ZnO-20 y PES-NPs-ZnO-30. Se observa que el título de hilos se mantiene constante para ambas muestras, tanto en trama como en urdimbre. Por otro lado, el gramaje de los compósitos aumenta ligeramente con respecto al gramaje del PES.

¹⁶ Número de hilos en el sentido de urdimbre y trama usando un cuentahilos de 1 plg².

Por lo tanto, se puede concluir que el proceso de funcionalización del PES con NPs-ZnO no modifica la densidad ni el título de los hilos que componen el tejido.

Por otra parte, se observa un incremento en el gramaje de los compósitos PES-NPs-ZnO en comparación con el PES. Esto puede deberse a que el proceso de funcionalización generó un ligero encogimiento de las fibras, además, las NPs-ZnO inmovilizadas sobre la superficie de PES, también proporcionan un peso adicional de 1 g/m² aproximadamente.

Tabla 4.3

Caracterización de las propiedades físicas.

Muestra	Dirección	Zona	Densidad de hilos	Título Ne
PES	Urdimbre	1	115	18
	Trama	1	90	44
PES-NPs-ZnO-6	Urdimbre	1	115	18
		2	115	18
		3	115	18
	Trama	1	90	44
		2	90	44
		3	90	44

Tabla 4.4

Gramaje del PES y algunos compósitos PES-NPs-ZnO.

Muestra	Gramaje (g/m ²)
PES	176,48
PES-NPs-ZnO-0,5	179,00
PES-NPs-ZnO-2	178,76
PES-NPs-ZnO-6	181,00
PES-NPs-ZnO-10	177,68
PES-NPs-ZnO-20	180,40
PES-NPs-ZnO-30	176,00

Nota: Las dimensiones de las muestras analizadas fueron de 5 cm x 5 cm.

Los resultados de las pruebas de desgarramiento direccional de urdimbre y trama para el PES y el compósito PES-NPs-ZnO-6 son presentados en la Tabla 4.5. Se ve que la

resistencia al desgarro es mayor en la dirección de urdimbre que en trama debido al mayor número de hilos de urdimbre por pulgada comparado con los hilos de trama. Se observa que el compósito PES-NPs-ZnO-6 es menos resistente al desgarro en la dirección de urdimbre en comparación con el PES. La disminución de la resistencia al desgarro del PES al ser funcionalizado con ZnO también ha sido descrito en la literatura (Kampeerapappun, 2018). La alta resistencia al desgarro encontrada en la zona 2 del compósito PES-NPs-ZnO-6 en la dirección de urdimbre puede deberse a que la distribución de las NPs-ZnO no es homogénea sobre el PES.

Tabla 4.5

Resistencia al desgarro según la norma ASTM D1424-09(2013) e1.

Muestra	Dirección	Zona	Resistencia al desgarre (N)
PES	Urdimbre	1	No rompe
	Trama	1	14,56
PES-NPs-ZnO-6	Urdimbre	1	30,71
		2	No rompe
		3	32,85
	Trama	1	14,43
		2	13,32
		3	13,05

4.5. Resistencia al lavado

Para evaluar la resistencia al lavado de PES y los compósitos PES-NPs-ZnO, fueron realizados 5 ciclos de lavado doméstico en máquina de acuerdo con la norma ISO 105 C06: 2010 - Test: B1M. El contenido de Zn y el UPF de las muestras lavadas se presentan a continuación.

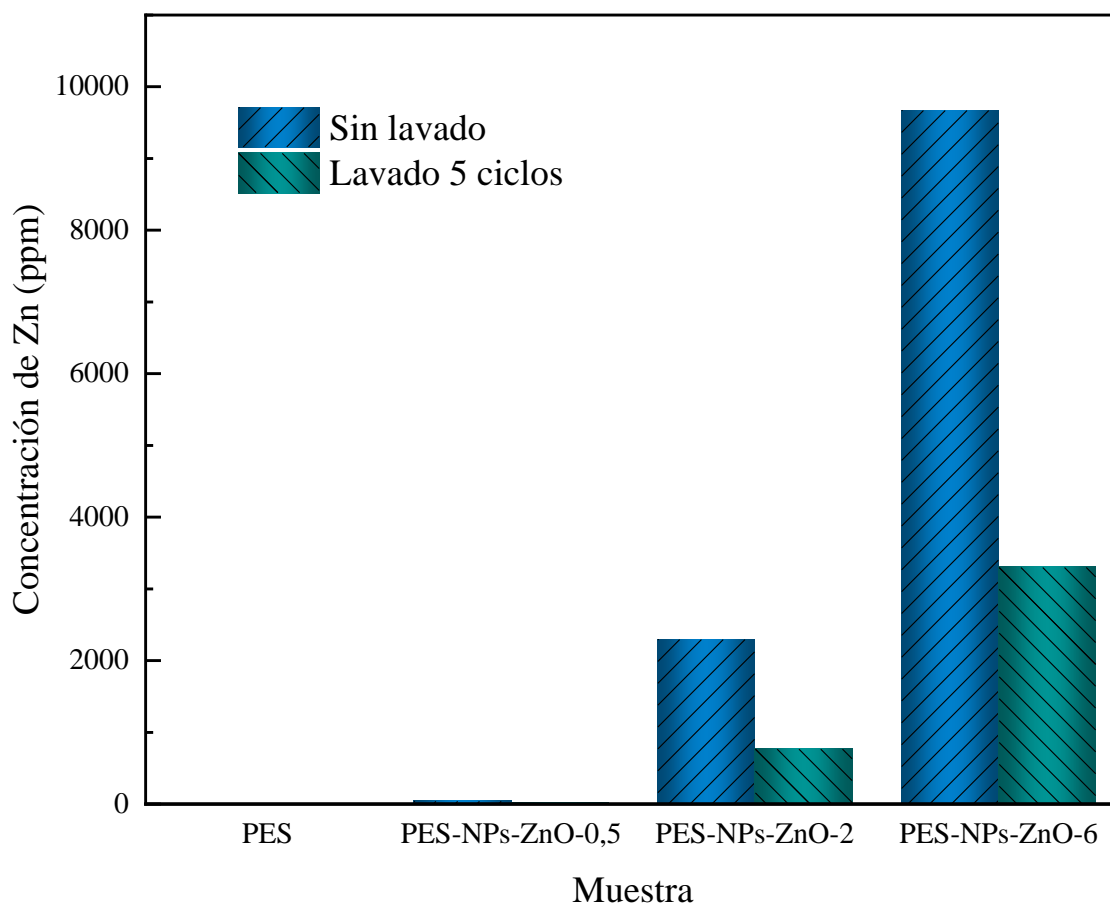
4.5.1. Espectroscopía de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)

Como se observa en la Figura 4.12, la concentración de Zn en el PES y en el PES-NPs-ZnO-0,5 es menor a 50 ppm, antes y después de los lavados. Para los compósitos

PES-NPs-ZnO-2 y PES-NPs-ZnO-6, las pruebas de resistencia al lavado provocaron una pérdida de 66,5 % y 65,9 % del contenido de Zn, respectivamente. Por lo tanto, el compuesto lavado PES-NPs-ZnO-2-L presenta una concentración de Zn de 770 ppm y el PES-NPs-ZnO-6-L, una concentración de 3300 ppm. Esta disminución en la cantidad de Zn puede deberse a la remoción de las partículas de ZnO débilmente adheridas sobre PES (Nourbakhsh *et al.*, 2018).

Figura 4.12

Cuantificación de Zn por espectroscopía ICP en PES y compósitos PES-NPs-ZnO, antes y después de 5 ciclos de lavado.



4.5.2. Factor de protección ultravioleta (UPF)

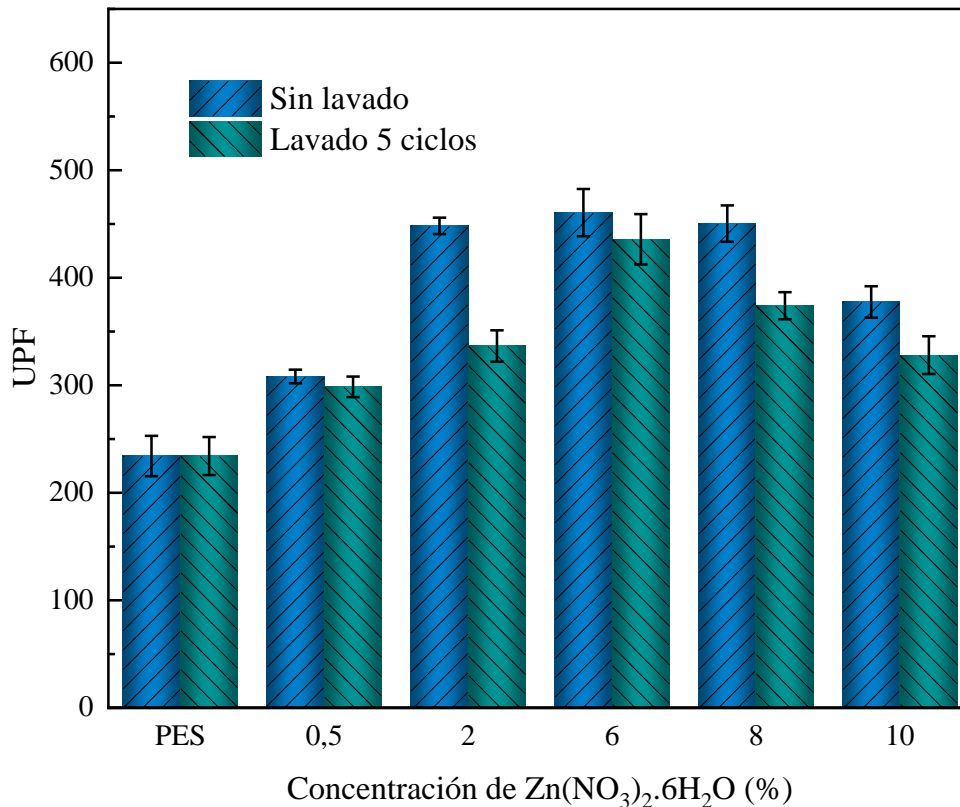
La Figura 4.13 muestra los valores de UPF obtenidos para el PES y los compósitos PES-NPs-ZnO con concentraciones de 0,5 % a 10 % de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, antes y después de las pruebas de lavado. El PES sin funcionalizar presenta un UPF de 230

aproximadamente, corroborando su excelente protección a la radiación UV (Australia/New Zealand Standard®, 1996). En todos los compósitos analizados se observa que la inmovilización de las partículas de ZnO incrementa el valor de UPF. El UPF aumenta con la concentración ZnO en los compósitos, el máximo valor obtenido es de 460 para el PES-NPs-ZnO-6. Contrario a lo esperado, se observa una disminución del UPF para PES-NPs-ZnO-8 y PES-NPs-ZnO-10, lo cual puede ser atribuido a la distribución no homogénea del ZnO sobre PES, según los sugerido en los análisis por AAS y TGA.

Después de 5 ciclos de lavado, todos los compósitos exhiben una disminución del UPF debido al desprendimiento de las partículas de ZnO durante el proceso de lavado. No obstante, en todos los casos el valor de UPF es superior a 300, sugiriendo que la funcionalización del PES con NPs-ZnO mejora la protección a la radiación UV, incluso después de los lavados.

Figura 4.13

UPF de los compósitos PES-NPs-ZnO preparados a partir de distintas concentraciones de $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, antes y después de 5 ciclos de lavado.



4.6. Actividad antibacteriana

La actividad antibacteriana del PES y algunos compósitos PES-NPs-ZnO fue investigada frente a *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus*, bacterias Gramnegativa y Grampositiva, respectivamente. Como se observa Tabla 4.5, el PES no inhibe el crecimiento bacteriano durante el tiempo de incubación. Tampoco se observó inhibición para los compósitos PES-NPs-ZnO-0,5 y PES-NPs-ZnO-2, debido al bajo contenido de ZnO en las muestras. Mientras que los compósitos PES-NPs-ZnO-6, PES-NPs-ZnO-10, PES-NPs-ZnO-20 y PES-NPs-ZnO-30, con mayor contenido de ZnO, exhibieron actividad antibacteriana frente a ambas cepas. De acuerdo con la literatura, la actividad antimicrobiana del ZnO se debe a la liberación de los cationes Zn^{2+} y la formación de ROS que dañan la membrana celular y penetran al espacio intracelular (Malhotra, 2021). Resultados similares fueron encontrados para las muestras lavadas con excepción de los compósitos PES-NPs-ZnO-20-L y PES-NPs-ZnO-30-L, esto puede deberse a la distribución no homogénea del ZnO sobre las muestras analizadas, lo cual corresponde con lo descrito en caracterizaciones anteriores.

Tabla 4.6

Pruebas de actividad antibacteriana de PES y algunos compósitos PES-NPs-ZnO, antes y después de 5 ciclos de lavado.

Muestra	Sensibilidad	
	<i>Escherichia coli</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
PES	Sin inhibición	Sin inhibición
PES-NPs-ZnO-0,5	Sin inhibición	Sin inhibición
PES-NPs-ZnO-2	Sin inhibición	Sin inhibición
PES-NPs-ZnO-6	Inhibición	Inhibición
PES-NPs-ZnO-10	Inhibición	Inhibición
PES-NPs-ZnO-20	Inhibición	Inhibición
PES-NPs-ZnO-30	Inhibición	Inhibición
PES-NPs-ZnO-0,5-L	Sin inhibición	Sin inhibición
PES-NPs-ZnO-2-L	Sin inhibición	Sin inhibición
PES-NPs-ZnO-6-L	Inhibición	Inhibición
PES-NPs-ZnO-10-L	Inhibición	Inhibición
PES-NPs-ZnO-20-L	Sin inhibición	Inhibición
PES-NPs-ZnO-30-L	Sin inhibición	Inhibición

Conclusiones

En esta tesis se describe la funcionalización de PES por el método de agotamiento. Esta técnica permite la funcionalización de PES con NPs-ZnO sintetizadas y crecidas *in situ*, a partir de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y NaOH. Bajo esta metodología fueron obtenidos distintos compósitos PES-NPs-ZnO con concentraciones que van desde 0,1 a 8,2 mg NPs-ZnO/g compósito.

Los patrones de DRX de los compósitos PES-NPs-ZnO-4, PES-NPs-ZnO-6, PES-NPs-ZnO-8, PES-NPs-ZnO-10, PES-NPs-ZnO-15, PES-NPs-ZnO-20, PES-NPs-ZnO-25 y PES-NPs-ZnO-30 muestran las reflexiones características del ZnO con una estructura hexagonal de tipo wurtzita, lo cual es corroborado por la indexación del patrón SAED del compósito PES-NPs-ZnO-6, que también evidencia la naturaleza policristalina de las NPs-ZnO.

Antes de la funcionalización, los análisis SEM-EDS y TEM-EDS de PES muestran trazas de carbono, oxígeno, silicio, cloro, entre otros elementos que indican la presencia de impurezas. En el análisis del compósito PES-NPs-ZnO-6 se detecta Zn, confirmando la formación e inmovilización simultánea de NPs-ZnO sobre la superficie del PES.

De acuerdo con el análisis por AAS, el uso de concentraciones mayores a 6 % en masa de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con respecto a la masa de PES no aumenta el contenido de Zn en los compósitos. Esto indica que la saturación de PES con ZnO se alcanza a una concentración promedio de $7,3 \pm 1,1$ g ZnO/kg compósito, lo cual puede deberse a que las condiciones usadas en la funcionalización no permitieron abrir de manera eficiente la fibra de PES para incorporar mayor cantidad de NPs.

Por otra parte, el análisis macroscópico de los compósitos muestra que el proceso de funcionalización no modifica la apariencia del PES. Mientras que las imágenes obtenidas por MO, a magnificaciones de 4x y 10x, revelan una disminución en el grosor de la fibra de PES, así como la variación en las dimensiones de los hilos de urdimbre y trama

durante de la funcionalización. Así mismo, las micrografías muestran puntos negros atribuidos a impurezas detectadas previamente por EDS.

De acuerdo con la micrografía SEM, el PES está formado por fibrillas con un diámetro aproximado de 12 μm . Mientras que en la micrografía del PES-NPs-ZnO-6 se observa un conglomerado con forma irregular y un tamaño de 3 μm aproximadamente. Así mismo, la imagen muestra varios conglomerados de ZnO, con dimensiones en el orden de los cientos de nanómetros, los cuales se encuentran incrustados o depositados en la superficie de la fibrilla de PES.

Las micrografías TEM muestran conglomerados con forma ovoidal y con tamaños menores a 1 μm . Además, la imagen STEM revela que estos conglomerados están constituidos por NPs-ZnO en forma de plaquetas irregulares y un tamaño promedio de 10,8 \pm 2,8 nm.

El TGA de los compósitos PES-NPs-ZnO-0,5; PES-NPs-ZnO-2 y PES-NPs-ZnO-6 demuestra que la descomposición térmica ocurre en tres etapas: la etapa inicial consiste en la deshidratación del compósito entre 30 °C y 300 °C, mientras que entre 300 °C y 440°C ocurre la despolimerización de PES, el cual se oxida por completo a temperaturas superiores a 550 °C. Además, el análisis TGA de distintas zonas del compósito PES-NPs-ZnO-6 muestra distintas masas residuales que indican la distribución no homogénea de las NPs-ZnO sobre PES.

La caracterización física del gramaje indica que el compósito PES-NPs-ZnO-6 comparado con el PES presenta un incremento de 20 g/m², atribuido a la presencia de ZnO sobre la superficie de las fibras del PES como se muestra en las caracterizaciones mencionadas anteriormente. Además, el compósito PES-NPs-ZnO-6 exhibe una menor resistencia al desgarro en la dirección de urdimbre en comparación con PES. Esto puede deberse a la modificación en la alineación de las fibrillas de PES durante la funcionalización.

Después de 5 ciclos de lavado, realizados de acuerdo con la norma ISO 105 C06: 2010 - Test: B1M, todos los compósitos muestran una disminución del UPF debido al desprendimiento de las NPs-ZnO durante el proceso de lavado. No obstante, en todos los casos el valor de UPF es superior a 300, indicando que la funcionalización del PES con NPs-ZnO mejora la protección intrínseca de PES a la radiación UV, incluso después de los lavados.

Los compósitos PES-NPs-ZnO-6 y PES-NPs-ZnO-10 poseen actividad antibacteriana frente a *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus*, incluso después de que los compósitos fueron sometidos a cinco ciclos de lavado

Esta tesis evidencia la obtención y caracterización de compósitos PES-NPs-ZnO con acabado antimicrobiano y resistencia al lavado, usando NPs-ZnO sintetizadas y crecidas *in situ* como una estrategia viable para un proceso de producción industrial. De esta manera se cumple con el objetivo general y los objetivos específicos planteados previamente, para corroborar la hipótesis propuesta.

Referencias bibliográficas

- Aghazadeh-Ghomi, M., & Pourabbas, Z. (2021). Rapid synthesis of zinc oxide nanoparticles from an alkaline zinc solution via direct precipitation. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 32(19), 24363–24368. <https://doi.org/10.1007/s10854-021-06907-1>
- Al-Jumaili, A., Alancherry, S., Bazaka, K., & Jacob, M. V. (2017). Review on the antimicrobial properties of Carbon nanostructures. *Materials*, 10(9), 1–26. <https://doi.org/10.3390/ma10091066>
- Alavi, M., Kamarasu, P., McClements, D. J., & Moore, M. D. (2022). Metal and metal oxide-based antiviral nanoparticles: Properties, mechanisms of action, and applications. *Advances in Colloid and Interface Science*, 306, 102726. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2022.102726>
- Algaba, I., & Riva, A. (2002). Determinación in vitro del factor de protección UV de los textiles. In *Boletín Intexter del Instituto de Investigación Textil y de Cooperación Industrial* (Issue 121).
- American association of textile chemists and colorists. (2010). AATCC Technical Manual. *Editorial Committee*, 85, 465. www.aatcc.org.
- Amézquita, M. (2016). *Obtención de textiles antimicrobianos funcionalizados in situ con nanopartículas de óxido de cobre por el método de agotamiento*. Universidad Nacional de Ingeniería.
- Arciniegas-Grijalba, P. A., Patiño-Portela, M. C., Mosquera-Sánchez, L. P., Guerrero-Vargas, J. A., & Rodríguez-Páez, J. E. (2017). ZnO nanoparticles (ZnO-NPs) and their antifungal activity against coffee fungus *Erythricium salmonicolor*. *Applied Nanoscience (Switzerland)*, 7(5), 225–241. <https://doi.org/10.1007/s13204-017-0561-3>

- Ashraf, M., Champagne, P., Perwuelz, A., Campagne, C., & Leriche, A. (2015). Photocatalytic solution discoloration and self-cleaning by polyester fabric functionalized with ZnO nanorods. *Journal of Industrial Textiles*, 44(6), 884–898. <https://doi.org/10.1177/1528083713519662>
- Ashraf, M., Siyal, M. I., Nazir, A., & Rehman, A. (2017). Single-step antimicrobial and moisture management finishing of PC fabric using ZnO nanoparticles. *Autex Research Journal*, 17, 259–262. <https://doi.org/10.1515/aut-2016-0023>
- Australia/New Zealand Standard®. (1996). *Sun protective clothing - Evaluation and classification* (ASNZS 4399).
- Bachmann, L. M., & Miller, W. G. (2020). Spectrophotometry. In *Contemporary Practice in Clinical Chemistry*. INC. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-815499-1.00007-7>
- Barani, H. (2014). Preparation of antibacterial coating based on in situ synthesis of ZnO/SiO₂ hybrid nanocomposite on cotton fabric. *Applied Surface Science*, 320, 429–434. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.09.102>
- Becheri, A., Dürr, M., Lo Nostro, P., & Baglioni, P. (2008). Synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles: Application to textiles as UV-absorbers. *Journal of Nanoparticle Research*, 10(4), 679–689. <https://doi.org/10.1007/s11051-007-9318-3>
- Beg, S., Almalki, W. H., Khatoon, F., Alharbi, K. S., Alghamdi, S., Akhter, M. H., Khalilullah, H., Baothman, A. A., Hafeez, A., Rahman, M., Akhter, S., & Choudhry, H. (2021). Lipid/polymer-based nanocomplexes in nucleic acid delivery as cancer vaccines. *Drug Discovery Today*, 26(8), 1891–1903. <https://doi.org/10.1016/j.drudis.2021.02.013>
- Behera, A., Pradhan, S. P., Ahmed, F. K., & Abd-Elsalam, K. A. (2022). Enzymatic synthesis of silver nanoparticles: Mechanisms and applications. In *Green Synthesis of Silver Nanomaterials* (pp. 699–756). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-824508-8.00030-7>

- Billmeyer, F. W. (1984). Textbook of polymer science. In *Kobunshi* (Vol. 12, Issue 3).
- Boholm, M., & Arvidsson, R. (2014). Controversy over antibacterial silver: Implications for environmental and sustainability assessments. *Journal of Cleaner Production*, *68*, 135–143. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2013.12.058>
- Bolade, O. P., Ewuzie, U., Chukwunke, C. E., & Adams, V. (2022). Shape-controlled synthesis of aqueous-based metallic nanocrystals and their catalytic applications. In *Industrial Applications of Nanocrystals* (pp. 251–274). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-824024-3.00012-9>
- Bragg, W. H., & Bragg, W. L. (1913). The reflection of X-rays by crystals. *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, *88*(605), 428–438. <https://doi.org/10.1098/rspa.1913.0040>
- Brandrup, J., Immergut, E. H., & Grulke, E. A. (1999). Polymer handbook. *Journal of the Torrey Botanical Society*, *145*(4), 281–295. <https://doi.org/10.3159/TORREY-D-18-00011.1>
- Brayner, R., Ferrari-iliou, R., Brivois, N., Djediat, S., Benedetti, M. F., Fie, F., Cedex, P., & Ge, L. De. (2006). Toxicological impact studies based on Escherichia coli bacteria in ultrafine ZnO nanoparticles colloidal medium. *Nano Letters*, *6*, 2–6. <https://doi.org/10.1021/nl052326h>
- Campbell, N. A., & Reece, J. B. (2007). *Biología* (7th ed.).
- Chaudhry, Q., Scotter, M., Blackburn, J., Ross, B., Boxall, A., Castle, L., Aitken, R., & Watkins, R. (2008). Applications and implications of nanotechnologies for the food sector. *Food Additives and Contaminants*, *25*(3), 241–258. <https://doi.org/10.1080/02652030701744538>
- Chen, C. C., Liu, P., & Lu, C. H. (2008). Synthesis and characterization of nano-sized ZnO powders by direct precipitation method. *Chemical Engineering Journal*, *144*(3), 509–

513. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2008.07.047>

Cherevko, S., & Mayrhofer, K. J. J. (2018). On-line inductively coupled plasma spectrometry in electrochemistry: Basic principles and applications. *Encyclopedia of Interfacial Chemistry: Surface Science and Electrochemistry*, January, 326–335. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409547-2.13292-5>

Clark, M. (2011). Handbook of textile and industrial dyeing. In *Woodhead* (1st ed.).

Das, A., Raposo, G. C. C., Lopes, D. S., Da Silva, E. J., Carneiro, V. S. M., De Oliveira Mota, C. C. B., Amaral, M. M., Zezell, D. M., Barbosa-Silva, R., & Gomes, A. S. L. (2022). Exploiting nanomaterials for optical coherence tomography and photoacoustic imaging in nanodentistry. *Nanomaterials*, 12(3), 1–22. <https://doi.org/10.3390/nano12030506>

De la Guardia, M., & Armenta, S. (2011). Multianalyte determination versus one-at-a-time methodologies. In *Comprehensive Analytical Chemistry* (Vol. 57, Issue 11, pp. 121–156). <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53709-6.00006-9>

Diaspro, A., Bianchini, P., Cella Zanacchi, F., & Usai, C. (2013). Optical Fluorescence Microscopy. In *Encyclopedia of Biophysics*. https://doi.org/10.1007/978-3-642-16712-6_826

Dietl, T., Ohno, H., Matsukura, F., Cibert, J., & Ferrand, D. (1995). Zener model description of ferromagnetism in zinc-blende magnetic semiconductors. *Chem. Phys. Lett*, 287, 1019–1022. www.sciencemag.org<http://science.sciencemag.org/>

Dimapilis, E. A. S., Hsu, C. S., Mendoza, R. M. O., & Lu, M. C. (2018). Zinc oxide nanoparticles for water disinfection. *Sustainable Environment Research*, 28(2), 47–56. <https://doi.org/10.1016/j.serj.2017.10.001>

Ding, S., Zhang, N., Lyu, Z., Zhu, W., Chang, Y. C., Hu, X., Du, D., & Lin, Y. (2021). Protein-based nanomaterials and nanosystems for biomedical applications: A review.

- Materials Today*, 43(March), 166–184. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2020.11.015>
- Dirkse, T. (1986). The solubility product constant of ZnO. *Science And Technology*, 1656–1657.
- East, A. J. (2009). The structure of polyester fibers. In *Handbook of textile fibre structure* (Vol. 1, pp. 181–231). Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9781845696504.2.181>
- Ebewele, R. O. (2000). Polymer science and technology. In *Polymer Science and Technology*. [https://doi.org/10.1016/0261-3069\(95\)90127-2](https://doi.org/10.1016/0261-3069(95)90127-2)
- Escalante, C. (2019). Fundamentals of transmission electron microscopy, the technique with the best resolution in the world. *Screen*, 9, 10. <https://www.researchgate.net/publication/330999184>
- Espitia, P. J. P., Soares, N. de F. F., Coimbra, J. S. dos R., de Andrade, N. J., Cruz, R. S., & Medeiros, E. A. A. (2012). Zinc oxide nanoparticles: Synthesis, antimicrobial activity and food packaging applications. *Food and Bioprocess Technology*, 5, 1447–1464. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0797-6>
- Fan, Z., Wang, D., Chang, P. C., Tseng, W. Y., & Lu, J. G. (2004). ZnO nanowire field-effect transistor and oxygen sensing property. *Applied Physics Letters*, 85(24), 5923–5925. <https://doi.org/10.1063/1.1836870>
- Farrow, G., & Ward, I. M. (1960). Crystallinity in poly(ethylene terephthalate): A comparison of X-ray, infra-red and density measurements. *Polymer*, 1, 330–339. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(60\)90043-4](https://doi.org/10.1016/0032-3861(60)90043-4)
- Feng, Y., Shen, J., Liu, X., Zhao, Y., Liang, X., Huang, J., Min, J., Wang, L., & Shi, W. (2016). The preparation and optical properties of Ag and Ag/ZnO composite structure. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 79, 98–106. <https://doi.org/10.1007/s10971-016-4023-2>

- Fiedot, M., Maliszewska, I., Rac-Rumijowska, O., Suchorska-Wóźniak, P., Lewńska, A., & Teterycz, H. (2017). The relationship between the mechanism of zinc oxide crystallization and its antimicrobial properties for the surface modification of surgical meshes. *Materials*, *10*(4). <https://doi.org/10.3390/ma10040353>
- Franco-Urquiza, E. A., May-Crespo, J. F., Escalante-Velázquez, C. A., Pérez-Mora, R., & González-García, P. (2020). Thermal degradation kinetics of ZnO/polyester nanocomposites. *Polymers*, 1–17.
- Fu, R., & Fu, G. D. (2011). Polymeric nanomaterials from combined click chemistry and controlled radical polymerization. *Polymer Chemistry*, *2*(3), 465–475. <https://doi.org/10.1039/c0py00174k>
- Fultz, B., & James, H. (2010). *Transmission electron microscopy and diffractometry of materials* (4th ed.). Springer.
- Gao, P. X., Song, J., Liu, J., & Wang, Z. L. (2007). Nanowire piezoelectric nanogenerators on plastic substrates as flexible power sources for nanodevices. *Advanced Materials*, *19*, 67–72. <https://doi.org/10.1002/adma.200601162>
- Ghosal, K., Mondal, P., Bera, S., & Ghosh, S. (2021). Graphene family nanomaterials- opportunities and challenges in tissue engineering applications. *FlatChem*, *30*, 1–29. <https://doi.org/10.1016/j.flatc.2021.100315>
- Gilmutdinov, A. K. (2016). Atomic absorption, theory. In *Encyclopedia of Spectroscopy and Spectrometry* (3rd ed., pp. 44–51). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803224-4.00100-X>
- Gomez, J. L., & Tigli, O. (2013). Zinc oxide nanostructures: From growth to application. *Journal of Materials Science*, *48*(2), 612–624. <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6938-5>
- Gondal, M. A., Alzahrani, A. J., Randhawa, M. A., & Siddiqui, M. N. (2012). Morphology and

- antifungal effect of nano-ZnO and nano-Pd-doped nano-ZnO against *Aspergillus* and *Candida*. *Journal of Environmental Science and Health*, *47*, 1413–1418.
<https://doi.org/10.1080/10934529.2012.672384>
- Gressier, P., De Smet, D., Behary, N., Campagne, C., & Vanneste, M. (2019). Antibacterial polyester fabrics via diffusion process using active bio-based agents from essential oils. *Industrial Crops and Products*, *136*, 11–20.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.04.014>
- Grishanov, S. (2011). Structure and properties of textile materials. In *Handbook of textile and industrial dyeing: Principles, processes and types of dyes* (Vol. 1, pp. 28–63). Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857093974.1.28>
- Hailili, R., Ji, H., Wang, K., Dong, X., Chen, C., Sheng, H., Bahnemann, D. W., & Zhao, J. (2022). ZnO with controllable oxygen vacancies for photocatalytic nitrogen oxide removal. *ACS Catalysis*, *12*(16), 10004–10017.
<https://doi.org/10.1021/acscatal.2c02326>
- Halliday, A. K., & Chambers, C. (1975). Modern inorganic chemistry. In *Chemical and Engineering News* (Vol. 1). <https://doi.org/10.1021/cen-v039n049.p102>
- Hammami, I., Alabdallah, N. M., jomaa, A. Al, & kamoun, M. (2021). Gold nanoparticles: Synthesis properties and applications. *Journal of King Saud University - Science*, *33*(7). <https://doi.org/10.1016/j.jksus.2021.101560>
- Han, J., Zhao, D., Li, D., Wang, X., Jin, Z., & Zhao, K. (2018). Polymer-based nanomaterials and applications for vaccines and drugs. *Polymers*, *10*(1), 1–14.
<https://doi.org/10.3390/polym10010031>
- Hansen, S. M., & Sargeant, P. B. (2000). Fibers, polyester. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, *16*.
<https://doi.org/10.1002/0471238961.1615122508011419.a01>

- Hazarika, A., Deka, B. K., Kim, D. Y., Kong, K., Park, Y. Bin, & Park, H. W. (2015). Growth of aligned ZnO nanorods on woven Kevlar® fiber and its performance in woven Kevlar® fiber/polyester composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 78, 284–293. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.022>
- Heinlaan, M., Ivask, A., Blinova, I., Dubourguier, H. C., & Kahru, A. (2008). Toxicity of nanosized and bulk ZnO, CuO and TiO₂ to bacteria *Vibrio fischeri* and crustaceans *Daphnia magna* and *Thamnocephalus platyurus*. *Chemosphere*, 71(7), 1308–1316. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2007.11.047>
- Homaeigohar, S., Liu, X., & Elbahri, M. (2023). Antiviral polysaccharide and antiviral peptide delivering nanomaterials for prevention and treatment of SARS-CoV-2 caused COVID-19 and other viral diseases. *Journal of Controlled Release*, 358, 476–497. <https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2023.05.010>
- Hooch-Antink, W., Choi, Y., Seong, K.-D., Kim, J.-M., & Piao, Y. (2018). Recent progress in porous graphene and reduced graphene oxide-based nanomaterials for electrochemical energy storage devices. *Advanced Materials Interfaces*, 5, 1–19. <https://doi.org/10.1002/admi.201701212>
- Hunt, A. (2017). The oxford handbook of archaeological ceramic analysis. In A. M. W. Hunt (Ed.), *Oxford University*. <https://doi.org/10.1093/oxfordhb/9780199681532.013.1>
- Hunter, P. (2018). Nucleic acid-based nanotechnology. *EMBO Reports*, 19, 13–17. <https://doi.org/10.15252/embr.201745518>
- Hunter, S. M. (2012). Molybdenum nitrides: structural and reactivity studies. In *University of Glasgow*. <http://theses.gla.ac.uk/3221/>
- ICDD. (n.d.). *The International Centre for Diffraction Data*. 2023. Retrieved October 26, 2023, from <https://www.icdd.com/>
- Issac, M. N., & Kandasubramanian, B. (2021). Effect of microplastics in water and aquatic

- systems. *Environmental Science and Pollution Research*, 28(16), 19544–19562.
<https://doi.org/10.1007/s11356-021-13184-2>
- Jacobs, K., Balitsky, D., Armand, P., & Papet, P. (2010). Low-temperature chemical bath deposition of crystalline ZnO. *Solid State Sciences*, 12(3), 333–338.
<https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2009.09.004>
- Jaffe, M., Easts, A. J., & Feng, X. (2020). Polyester fibers. In *Thermal analysis of textiles and fibers* (1st ed., pp. 133–149). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100572-9.00008-2>
- Jain, P. K., Huang, X., El-Sayed, I. H., & El-Sayed, M. A. (2008). Noble metals on the nanoscale: Optical and photothermal properties and some applications in imaging, sensing, biology, and medicine. *Accounts of Chemical Research*, 41(12), 1578–1586.
<https://doi.org/10.1021/ar7002804>
- Kalambate, P. K., Dhanjai, Huang, Z., Li, Y., Shen, Y., Xie, M., Huang, Y., & Srivastava, A. K. (2019). Core@shell nanomaterials based sensing devices: A review. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry*, 115, 147–161. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2019.04.002>
- Kampeerappun, P. (2018). Effect of zinc oxide loaded polyester fibers on the color, mechanical properties and antibacterial action of woven fabric. *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 28, 33–40. <https://doi.org/10.14456/jmmm.2018.xx>
- Kar, T. R., Samanta, A. K., Sajid, M., & Kaware, R. (2019). UV protection and antimicrobial finish on cotton khadi fabric using a mixture of nanoparticles of zinc oxide and poly-hydroxy-amino methyl silicone. *Textile Research Journal*, 89(11), 2260–2278.
<https://doi.org/10.1177/0040517518790973>
- Kasemets, K., Ivask, A., Dubourguier, H. C., & Kahru, A. (2009). Toxicity of nanoparticles of ZnO, CuO and TiO₂ to yeast *Saccharomyces cerevisiae*. *Toxicology in Vitro*, 23(6), 1116–1122. <https://doi.org/10.1016/j.tiv.2009.05.015>

- Kathirvelu, S., D'Souza, L., & Dhurai, B. (2009). UV protection finishing of textiles using ZnO nanoparticles. *Indian Journal of Fibre and Textile Research*, 34(3), 267–273.
- Katyal, P., Meleties, M., & Montclare, J. K. (2019). Self-assembled protein-and peptide-based nanomaterials [Review-article]. *ACS Biomaterials Science and Engineering*, 5, 4132–4147. <https://doi.org/10.1021/acsbmaterials.9b00408>
- Kerawalla, J. N., & Hansen, S. M. (1988). Proceedings of the Polyester Textiles Conference. *Shirley Institute, Blackpool*.
- Kreyling, W. G., Semmler-Behnke, M., & Chaudhry, Q. (2010). A complementary definition of nanomaterial. *Nano Today*, 5(3), 165–168. <https://doi.org/10.1016/j.nantod.2010.03.004>
- Küçük, M., & Öveçoğlu, M. L. (2018). Surface modification and characterization of polyester fabric by coating with low temperature synthesized ZnO nanorods. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 88(2), 345–358. <https://doi.org/10.1007/s10971-018-4817-5>
- Kulkarni, S. B., Patil, U. M., Salunkhe, R. R., Joshi, S. S., & Lokhande, C. D. (2011). Temperature impact on morphological evolution of ZnO and its consequent effect on physico-chemical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 509(8), 3486–3492. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.12.036>
- Kumar, M., & Sasikumar, C. (2014). Electrodeposition of nanostructured ZnO thin film: a review. *American Journal of Materials Science and Engineering*, 2, 18–23. <https://doi.org/10.12691/ajmse-2-2-2>
- Lábár, J. (2000). *How to install ProcessDiffraction*. <https://public.ekcer.hu/~labar/ProcDif.htm>
- Laudadio, E., Mohebbi, E., Pavoni, E., Minnelli, C., Sabbatini, S., & Stipa, P. (2023). Density functional theory and molecular dynamics studies on electrical, mechanical, and thermal properties of TiO₂ nanoparticles interacting with poly lactic-co-glycolic acid.

- Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 667, 1–10.
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2023.131388>
- Lee, H. J., Yeo, S. Y., & Jeong, S. H. (2003). Antibacterial effect of nanosized silver colloidal solution on textile fabrics. *Journal of Materials Science*, 38(10), 2199–2204.
<https://doi.org/10.1023/A:1023736416361>
- Li, C., Sun, W., Lu, Z., Ao, X., & Li, S. (2020). Ceramic nanocomposite membranes and membrane fouling: A review. *Water Research*, 175, 115674.
<https://doi.org/10.1016/j.watres.2020.115674>
- Li, Q., Mahendra, S., Lyon, D. Y., Brunet, L., Liga, M. V., Li, D., & Alvarez, P. J. J. (2008). Antimicrobial nanomaterials for water disinfection and microbial control: Potential applications and implications. *Water Research*, 42(18), 4591–4602.
<https://doi.org/10.1016/j.watres.2008.08.015>
- Liewhiran, C., Seraphin, S., & Phanichphant, S. (2006). Synthesis of nano-sized ZnO powders by thermal decomposition of zinc acetate using *Broussonetia papyrifera* (L.) Vent pulp as a dispersant. *Current Applied Physics*, 6(3), 499–502.
<https://doi.org/10.1016/j.cap.2005.11.047>
- Lipovsky, A., Nitzan, Y., Gedanken, A., & Lubart, R. (2011). Antifungal activity of ZnO nanoparticles—the role of ROS mediated cell injury. *Nanotechnology*, 22(10).
<https://doi.org/10.1088/0957-4484/22/10/105101>
- Liu, B., & Zeng, H. C. (2003). Hydrothermal synthesis of ZnO nanorods in the diameter regime of 50 nm. *Journal of the American Chemical Society*, 125(15), 4430–4431.
<https://doi.org/10.1021/ja0299452>
- Liu, T. Q., Sakurai, O., Mizutani, N., & Kato, M. (1986). Preparation of spherical fine ZnO particles by the spray pyrolysis method using ultrasonic atomization techniques. *Journal of Materials Science*, 21(10), 3698–3702.

<https://doi.org/10.1007/BF02403024>

- Liu, X., Ge, L., Li, W., Wang, X., & Li, F. (2015). Layered double hydroxide functionalized textile for effective oil/water separation and selective oil adsorption. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 7(1), 791–800. <https://doi.org/10.1021/am507238y>
- Llorens, A., Lloret, E., Picouet, P. A., Trbojevich, R., & Fernandez, A. (2012). Metallic-based micro and nanocomposites in food contact materials and active food packaging. *Trends in Food Science and Technology*, 24(1), 19–29. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2011.10.001>
- Loganathan, S., Valapa, R. B., Mishra, R. K., Pugazhenti, G., & Thomas, S. (2017). Thermogravimetric analysis for characterization of nanomaterials. In *Thermal and rheological measurement techniques for nanomaterials characterization* (Vol. 3, pp. 67–108). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46139-9.00004-9>
- Lou, W., Zhang, D., & Bayless, R. C. (2020). Review of mineral recognition and its future. *Applied Geochemistry*, 122, 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2020.104727>
- Malenica, M., Vukomanović, M., Kurtjak, M., Masciotti, V., Dal Zilio, S., Greco, S., Lazzarino, M., Krušić, V., Perčić, M., Badovinac, I. J., Wechtersbach, K., Vidović, I., Baričević, V., Valić, S., Lučin, P., Kojc, N., & Grabušić, K. (2021). Perspectives of microscopy methods for morphology characterisation of extracellular vesicles from human biofluids. *Biomedicines*, 9(6). <https://doi.org/10.3390/biomedicines9060603>
- Malhotra, S. P. K. (2021). Applications of zinc oxide nanoparticles as an antimicrobial agent in the food packaging industry. *Zinc-Based Nanostructures for Environmental and Agricultural Applications*, 125–137. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-822836-4.00021-5>
- Mao, C., Zhang, H., & Lu, Z. (2017). Flexible and wearable electronic silk fabrics for human physiological monitoring. *Nanotechnology*, 1–22.

- Mao, Y., Kriegel, R., & Bucknall, D. (2016). The crystal structure of polyethylene terephthalate. *Polymer*, *102*, 308–314. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2016.08.052>
- Mark, H. F., & Kroschwitz, J. I. (1985). Encyclopedia of polymer science and engineering. In *Polymer* (Vol. 2). [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(87\)90274-6](https://doi.org/10.1016/0032-3861(87)90274-6)
- Maslii, A. N., Shapnik, M. S., & Kuznetsov, A. M. (2001). Electroreduction of hydrate Zn(II) complexes in aqueous electrolytes: A quantum-chemical study. *Elektrokhimiya*, *37*(6), 722–731.
- Menczel, J. D. (2020). Thermogravimetric analysis of fibers. In *Thermal Analysis of Textiles and Fibers* (pp. 71–79). LTD. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100572-9.00004-5>
- Mendoza Ramirez, M. C., & Avalos Borja, M. (2020). Nanoestructuras y su caracterización por medio de microscopía electrónica de transmisión; ciencia y arte. *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria En Nanociencias y Nanotecnología*, *13*(25), 61–78. <https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2020.25.69630>
- Mirjalili, M., Mohammadi, M., & Karimi, L. (2017). Effect of zinc oxide nanoparticles and sodium hydroxide on the self-cleaning and antibacterial properties of polyethylene terephthalate. *Tekstilec*, *60*, 269–274. <https://doi.org/10.14502/Tekstilec2017.60.269-274>
- Mody, V., Siwale, R., Singh, A., & Mody, H. (2010). Introduction to metallic nanoparticles. *Journal of Pharmacy And Bioallied Sciences*, *2*(4), 282. <https://doi.org/10.4103/0975-7406.72127>
- Moezzi, A., Cortie, M., & McDonagh, A. (2011). Aqueous pathways for the formation of zinc oxide nanoparticles. *Dalton Transactions*, *40*, 4871–4878. <https://doi.org/10.1039/c0dt01748e>
- Mohd Fairulnizal, M. N., Vimala, B., Rathi, D. N., & Mohd Naeem, M. N. (2019). Atomic absorption spectroscopy for food quality evaluation. In *Evaluation Technologies for*

- Food Quality*. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814217-2.00009-3>
- Montazer, M., & Amiri, M. M. (2013). ZnO nano reactor on textiles and polymers: ex-situ and in-situ synthesis, application and characterization. *Journal of Physical Chemistry, B*(118), 1–87. <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/jp408532r>
- Mudalige, T., Qu, H., Van Haute, D., Ansar, S. M., Paredes, A., & Ingle, T. (2018). Characterization of nanomaterials: tools and challenges. In *Nanomaterials for Food Applications* (pp. 313–353). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814130-4.00011-7>
- Murphy, C., Gole, A. M., Stone, J. W., Sisco, P. N., Alkilany, A. M., Goldsmith, E. C., & Baxter, S. C. (2008). Gold nanoparticles in biology: beyond toxicity to cellular imaging. *Accounts of Chemical Research*, *41*, 1721–1730. <https://doi.org/10.1021/ar800035u>
- Naik Kardile, A. (1975). Fundamentos del microscopio electrónico y su aplicación en la investigación textil. *Boletín Del Instituto de Investigación Textil y de Cooperación Industrial*, *64*, 39–55.
- Nasrazadani, S., & Hassani, S. (2015). Modern analytical techniques in failure analysis of aerospace, chemical, and oil and gas industries. In *Handbook of Materials Failure Analysis with Case Studies from the Oil and Gas Industry*. Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100117-2.00010-8>
- Nourbakhsh, S., Montazer, M., & Khandaghabadi, Z. (2018). Zinc oxide nanoparticles coating on polyester fabric functionalized through alkali treatment. *Journal of Industrial Textiles*, *47*(6), 1006–1023. <https://doi.org/10.1177/1528083716657819>
- Ohno, H. (1998). Making nonmagnetic semiconductors ferromagnetic. *Science*, *281*, 951–957. www.sciencemag.org<http://science.sciencemag.org/>
- Oskam, G. (2006). Metal oxide nanoparticles: Synthesis, characterization and application. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, *37*(3), 161–164.

<https://doi.org/10.1007/s10971-005-6621-2>

- Özgür, Ü., Alivov, Y. I., Liu, C., Teke, A., Reshchikov, M. A., Doğan, S., Avrutin, V., Cho, S. J., & Morkoç, H. (2005). A comprehensive review of ZnO materials and devices. *Journal of Applied Physics*, 98(4), 1–103. <https://doi.org/10.1063/1.1992666>
- Özgür, Ü., Avrutin, V., & Morkoc, H. (2018). Zinc oxide materials and devices grown by molecular beam epitaxy. In *Molecular Beam Epitaxy* (2nd ed., pp. 343–375). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812136-8.00016-5>
- Padmavathy, N., & Vijayaraghavan, R. (2008). Enhanced bioactivity of ZnO nanoparticles - An antimicrobial study. *Science and Technology of Advanced Materials*, 9(3). <https://doi.org/10.1088/1468-6996/9/3/035004>
- Peng, W. Q., Qu, S. C., Cong, G. W., & Wang, Z. G. (2006). Structure and visible luminescence of ZnO nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 9(1–3), 156–159. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2006.01.038>
- Piccolo, B., & O'Connor, R. T. (1968). Atomic absorption spectroscopy. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 45, 789–792. <https://doi.org/10.1007/BF02631956>
- Pirozzi, N. M., Kuipers, J., & Giepmans, B. N. G. (2021). Sample preparation for energy dispersive X-ray imaging of biological tissues. In T. Müller-Reichert & P. Verkade (Eds.), *Correlative Light and Electron Microscopy IV* (pp. 89–114). <https://doi.org/10.1016/bs.mcb.2020.10.023>
- Polk, M. B., & Kumar, S. (1998). A review of new technologies in synthetic fiber production. *Theory & Psychology*, 12, 45–54.
- Poma, W. (2022). *Biocompósitos a base de celulosa y NPs de ZnO con alta protección a la radiación UV: obtención, caracterización estructural, morfológica y elemental* [Universidad Nacional de Ingeniería]. http://cybertesis.uni.edu.pe/bitstream/uni/1130/1/lopez_gj.pdf

- Poortavasoly, H., & Montazer, M. (2014). Functional polyester fabric through simultaneous aminolysis and nano ZnO synthesis. *Journal of Ultrafine Grained and Nanostructured Materials*, 47(2), 113–119. https://journals.ut.ac.ir/article_52900_47.html
- Pourmadadi, M., Rajabzadeh-Khosroshahi, M., Eshaghi, M. M., Rahmani, E., Motasadizadeh, H., Arshad, R., Rahdar, A., & Pandey, S. (2023). TiO₂-based nanocomposites for cancer diagnosis and therapy: A comprehensive review. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 82, 104370. <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2023.104370>
- Prime, R. B., Bair, H. E., Vyazovkin, S., Gallagher, P. K., & Riga, A. (2008). Thermogravimetric Analysis (TGA). *Thermal Analysis of Polymers: Fundamentals and Applications*, 241–317. <https://doi.org/10.1002/9780470423837.ch3>
- Pryshchepa, O., Pomastowski, P., & Buszewski, B. (2020). Silver nanoparticles: Synthesis, investigation techniques, and properties. *Advances in Colloid and Interface Science*, 284, 87–100. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2020.102246>
- Quino, I., Ramos, O., & Guisbert, E. (2007). Determinación del límite de detección instrumental (LDI) y límite de cuantificación instrumental (LCI) en elementos traza de agua subterránea. *Revista Boliviana de Química*, 24, 53–57.
- Radetić, M. (2013). Functionalization of textile materials with TiO₂ nanoparticles. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 16, 62–76. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochemrev.2013.04.002>
- Raghupathi, K. R., Koodali, R. T., & Manna, A. C. (2011). Size-dependent bacterial growth inhibition and mechanism of antibacterial activity of zinc oxide nanoparticles. *Langmuir*, 27(7), 4020–4028. <https://doi.org/10.1021/la104825u>
- Ratnapandian, S. (2013). *Application of natural dyes by padding technique on textiles*. Royal Melbourne Institute of Technology.

- Reichle, R. A., McCurdy, K. G., & Hepler, L. G. (1975). Zinc hydroxide: solubility product and hydroxy-complex stability constants from 12.5–75 °C. *Canadian Journal of Chemistry*, 53(24), 3841–3845. <https://doi.org/10.1139/v75-556>
- Reimer, L. (2008). Transmission Electron Microscopy: physics of image formation. In *Transmission Electron Microscopy* (pp. 1–15).
- Roca, A. G., Gutiérrez, L., Gavilán, H., Fortes Brollo, M. E., Veintemillas-Verdaguer, S., & Morales, M. del P. (2019). Design strategies for shape-controlled magnetic iron oxide nanoparticles. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 138, 68–104. <https://doi.org/10.1016/j.addr.2018.12.008>
- Rocha, F. S., Gomes, A. J., Lunardi, C. N., Kaliaguine, S., & Patience, G. S. (2018). Experimental methods in chemical engineering: Ultraviolet visible spectroscopy—UV-Vis. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 96(12), 2512–2517. <https://doi.org/10.1002/cjce.23344>
- Román, L. (2014). *Estudio experimental del acabado antimicrobiano textil con nanopartículas: Obtención, aplicación y control*. Universidad Nacional de Ingeniería.
- Román, L. (2023). *Estudio de las interacciones físico químicas del algodón y los óxidos de cobre en los textiles funcionalizados con propiedades antimicrobianas*. Universidad Nacional de Ingeniería.
- Román, L. E., Amézquita, M. J., Uribe, C. L., Maurtua, D. J., Costa, S. A., Costa, S. M., Keiski, R., Solís, J. L., & Gómez, M. M. (2020). In situ growth of CuO nanoparticles onto cotton textiles. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 11(2), 11. <https://doi.org/10.1088/2043-6254/ab8a2f>
- Román, L., Gomez, E., Solís, J., & Gómez, M. (2020). Antibacterial Cotton Fabric Functionalized with Copper Oxide Nanoparticles. *Molecules (Basel, Switzerland)*, 25(24), 1–21. <https://doi.org/10.3390/molecules25245802>

- Román, L., Huachani, J., Uribe, C., Solís, J., Gómez, M., & Costa, S. (2019). Blocking erythemally weighted UV radiation using cotton fabrics functionalized with ZnO nanoparticles in situ. *Applied Surface Science*, 469(July 2018), 204–212. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.11.047>
- Román, L., Maurtua, D., Paraguay, F., Solís, J., & Gómez, M. (2016). Green synthesis of ZnO nanoparticles and their annealing transformation into ZnO nanoparticles: Characterization and antimicrobial activity. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 16(9), 9889–9895. <https://doi.org/10.1166/jnn.2016.12399>
- Saini, M., Yadav, S., Rani, N., Mushtaq, A., Rawat, S., Saini, K., & Maity, D. (2022). Biosynthesized zinc oxide nanoparticles using seed and bark extract of *Azadirachta indica* for antibacterial, photocatalytic and supercapacitor applications. *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology*, 282(August). <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2022.115789>
- Sajid, M. (2022). Nanomaterials: types, properties, recent advances, and toxicity concerns. *Current Opinion in Environmental Science and Health*, 25, 100319. <https://doi.org/10.1016/j.coesh.2021.100319>
- Salem, V. (2010). Conceito de cor e colorimetria. In *Tingimento têxtil: Fibras, conceitos e tecnologias* (pp. 15–28).
- Šaravanja, A., Pušić, T., & Dekanić, T. (2022). Microplastics in wastewater by washing polyester fabrics. *Materials*, 15(7), 1–15. <https://doi.org/10.3390/ma15072683>
- Sarkar, A. K. (2005). Textiles for UV protection. *Textiles for Protection*, 355–377. <https://doi.org/10.1533/9781845690977.2.355>
- Schmidt-Mende, L., & Macmanus-driscoll, J. L. (2007). ZnO - nanostructures, defects, and devices. *Materials Today*, 10(5), 40–48. [https://doi.org/10.1016/S1369-7021\(07\)70078-0](https://doi.org/10.1016/S1369-7021(07)70078-0)

- Sciau, P. (2016). Transmission electron microscopy: emerging investigations for cultural heritage materials. In *Advances in Imaging and Electron Physics* (198th ed., pp. 43–67). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/bs.aiep.2016.09.002>
- Scott, R. A. (2005). *Textiles for Protection*. <https://doi.org/10.1533/9781845690977>
- Sepulveda-Guzman, S., Reeja-Jayan, B., de la Rosa, E., Torres-Castro, A., Gonzalez-Gonzalez, V., & Jose-Yacaman, M. (2009). Synthesis of assembled ZnO structures by precipitation method in aqueous media. *Materials Chemistry and Physics*, 115(1), 172–178. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2008.11.030>
- Shahin, S. M. T., & Montazer, M. (2021). Diverse-shaped ZnO nanoparticles on polyester fabric through assorted in situ methods: studying plasma treatment order and different alkali media. *Journal of the Textile Institute*, 112(11), 1788–1803. <https://doi.org/10.1080/00405000.2020.1843256>
- Shard, A. G., Schofield, R. C., & Minelli, C. (2020). Ultraviolet-visible spectrophotometry. In *Characterization of Nanoparticles: Measurement Processes for Nanoparticles* (Vol. 1). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814182-3.00012-2>
- Sharma, D. K., Shukla, S., Sharma, K. K., & Kumar, V. (2022). A review on ZnO: Fundamental properties and applications. *Materials Today: Proceedings*, 49, 3028–3035. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.10.238>
- Sheshama, M., Khatri, H., Suthar, M., Basak, S., & Ali, W. (2017). Bulk vs. Nano ZnO: Influence of fire retardant behavior on sisal fibre yarn. *Carbohydrate Polymers*, 175, 257–264. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.07.032>
- Shishoo, R. (2012). The importance of innovation-driven textile research and development in the textile industry. In *The Global Textile and Clothing Industry: Technological Advances and Future Challenges*. Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857095626.55>

- Sikiru, S., Oladosu, T. L., Kolawole, S. Y., Mubarak, L. A., Soleimani, H., Afolabi, L. O., & Oluwafunke Toyin, A. O. (2023). Advance and prospect of carbon quantum dots synthesis for energy conversion and storage application: A comprehensive review. *Journal of Energy Storage*, 60(December 2022), 106556. <https://doi.org/10.1016/j.est.2022.106556>
- Sillanpää, M., & Sainio, P. (2017). Release of polyester and cotton fibers from textiles in machine washings. *Environmental Science and Pollution Research*, 24(23), 19313–19321. <https://doi.org/10.1007/s11356-017-9621-1>
- Singh, A., Singh, N. B., Afzal, S., Singh, T., & Hussain, I. (2018). Zinc oxide nanoparticles: a review of their biological synthesis, antimicrobial activity, uptake, translocation and biotransformation in plants. *Journal of Materials Science*, 53(1), 185–201. <https://doi.org/10.1007/s10853-017-1544-1>
- Singh, S., Hasan, M. R., Sharma, P., & Narang, J. (2022). Graphene nanomaterials: The wondering material from synthesis to applications. *Sensors International*, 3(May), 100190. <https://doi.org/10.1016/j.sintl.2022.100190>
- Siqingaowa, Zhaorigetu, Yao, H., & Garidi. (2006). Preparation and characterization of nanocrystalline ZnO by direct precipitation method. *Frontiers of Chemistry in China*, 1(3), 277–280. <https://doi.org/10.1007/s11458-006-0036-7>
- Sirelkhatim, A., Mahmud, S., Seeni, A., Kaus, N. H. M., Ann, L. C., Bakhori, S. K. M., Hasan, H., & Mohamad, D. (2015). Review on zinc oxide nanoparticles: Antibacterial activity and toxicity mechanism. *Nano-Micro Letters*, 7(3), 219–242. <https://doi.org/10.1007/s40820-015-0040-x>
- Sivia, D. S. (2011). Elementary scattering theory. In *Subatomic Physics*. https://doi.org/10.1142/9789811229800_0005
- Ślosarczyk, A., Kłapiszewska, I., Skowrońska, D., Janczarek, M., Jesionowski, T., &

- Klapiszewski, Ł. (2023). A comprehensive review of building materials modified with metal and metal oxide nanoparticles against microbial multiplication and growth. *Chemical Engineering Journal*, 466(April). <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.143276>
- Stefanov, B. (2015). *Photocatalytic TiO₂ thin films for air cleaning: Effect of facet orientation, chemical functionalization, and reaction conditions* [Uppsala]. <https://uu.diva-portal.org/smash/get/diva2:862338/FULLTEXT01.pdf>
- Su, H., Jing, L., Shi, K., Yao, C., & Fu, H. (2010). Synthesis of large surface area LaFeO₃ nanoparticles by SBA-16 template method as high active visible photocatalysts. *Journal of Nanoparticle Research*, 12(3), 967–974. <https://doi.org/10.1007/s11051-009-9647-5>
- Subramanian, K. S., Janavi, G. J., Marimuthu, S., Kannan, M., Raja, K., Haripriya, S., & Jeya Sundara Sharmila, D. (2018). Scanning electron microscopy: principle, components and applications. In *Textbook on Fundamentals And Applications of Nanotechnology* (pp. 81–92).
- Sudrajat, H. (2018). Superior photocatalytic activity of polyester fabrics coated with zinc oxide from waste hot dipping zinc. *Journal of Cleaner Production*, 172, 1722–1729. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.12.024>
- Sudrajat, H., & Babel, S. (2016). A new, cost-effective solar photoactive system N-ZnO@polyester fabric for degradation of recalcitrant compound in a continuous flow reactor. *Materials Research Bulletin*, 83, 369–378. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2016.06.025>
- Suryanarayana, C., & Norton, M. G. (2013). *X-ray diffraction: A practical approach*.
- Syafiuddin, A. (2019). Toward a comprehensive understanding of textiles functionalized with silver nanoparticles. *Journal of the Chinese Chemical Society*, 66(8), 793–814. <https://doi.org/10.1002/jccs.201800474>

- Tortora, G. J., Funke, B. R., & Case, C. L. (2007). *Introducción a la microbiología* (Vol. 3).
- Varanda, L. C., Souza, C. G. S., Moraes, D. A., Neves, H. R., Souza Junior, J. B., Silva, M. F., Bini, R. A., Albers, R. F., Silva, T. L., & Beck, W. (2019). Size and shape-controlled nanomaterials based on modified polyol and thermal decomposition approaches. A brief review. In *Anais da Academia Brasileira de Ciências* (Vol. 91, Issue 4). <https://doi.org/10.1590/0001-3765201920181180>
- Verbič, A., Gorjanc, M., & Simončič, B. (2019). Zinc oxide for functional textile coatings: Recent advances. *Coatings*, 9(9), 17–23. <https://doi.org/10.3390/coatings9090550>
- Vernon-Parry, K. D. (2000). Scanning electron microscopy: an introduction. *Iii-vs Review*, 13(4), 40–44.
- Villalva, C. (2021). *Incorporación de nanopartículas de óxido de cobre en tejidos de algodón para mejorar la solidez al sudor a partir de diferentes métodos textiles: agotamiento, impregnación y agotamiento-impregnación*. Universidad Nacional de Ingeniería.
- Wang, M., Zhang, M., Pang, L., Yang, C., Zhang, Y., Hu, J., & Wu, G. (2019). Fabrication of highly durable polysiloxane-zinc oxide (ZnO) coated polyethylene terephthalate (PET) fabric with improved ultraviolet resistance, hydrophobicity, and thermal resistance. *Journal of Colloid and Interface Science*, 537, 91–100. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2018.10.105>
- Wang, W., Hui, P. C. L., & Kan, C. W. (2017). Functionalized textile based therapy for the treatment of Atopic dermatitis. *Coatings*, 7(6). <https://doi.org/10.3390/coatings7060082>
- Wang, X., Summers, C. J., & Wang, Z. L. (2004). Large-scale hexagonal-patterned growth of aligned ZnO nanorods for nano-optoelectronics and nanosensor arrays. *Nano Letters*, 4(3), 2–5. <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/nl035102c>

- Wang, Z. L., & Song, J. (2006). Piezoelectric nanogenerators based on zinc oxide nanowire arrays. *Science*, 312(5771), 242–246. <https://doi.org/10.1126/science.1124005>
- Wolfgang, W. J. (2016). Chemical analysis techniques for failure analysis. In *Handbook of Materials Failure Analysis with Case Studies from the Aerospace and Automotive Industries* (pp. 279–307). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-800950-5.00014-4>
- Woodard, L. N., & Grunlan, M. A. (2018). Hydrolytic degradation and erosion of polyester biomaterials. *ACS Macro Letters*, 7(8), 976–982. <https://doi.org/10.1021/acsmacrolett.8b00424>
- Worden, R. H. (2004). Analytical methods: geochemical analysis (including X-ray). *Encyclopedia of Geology*, 54–76. <https://doi.org/10.1016/B0-12-369396-9/00096-4>
- Xie, W., Guo, Z., Gao, F., Gao, Q., Wang, D., Liaw, B. S., Cai, Q., Sun, X., Wang, X., & Zhao, L. (2018). Shape-, size- and structure-controlled synthesis and biocompatibility of iron oxide nanoparticles for magnetic theranostics. *Theranostics*, 8(12), 3284–3307. <https://doi.org/10.7150/thno.25220>
- Yadav, K., Sahu, K. K., Sucheta, Gnanakani, S. P. E., Sure, P., Vijayalakshmi, R., Sundar, V. D., Sharma, V., Antil, R., Jha, M., Minz, S., Bagchi, A., & Pradhan, M. (2023). Biomedical applications of nanomaterials in the advancement of nucleic acid therapy: Mechanistic challenges, delivery strategies, and therapeutic applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 241(April), 124582. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124582>
- Yamamoto, O. (2001). Influence of particle size on the antibacterial activity of zinc oxide. *International Journal of Inorganic Materials*, 3(7), 643–646. [https://doi.org/10.1016/S1466-6049\(01\)00197-0](https://doi.org/10.1016/S1466-6049(01)00197-0)
- Yang, H. L., Bai, L. F., Geng, Z. R., Chen, H., Xu, L. T., Xie, Y. C., Wang, D. J., Gu, H. W.,

- & Wang, X. M. (2023). Carbon quantum dots: Preparation, optical properties, and biomedical applications. *Materials Today Advances*, 18, 100376. <https://doi.org/10.1016/j.mtadv.2023.100376>
- Yang, W.-C., Liao, T.-C., Yang, C.-C., Hsiao, C.-Y., & Chen, H.-S. (2021). *Matte polyester film and method for manufacturing the same* (Patent No. 20220243031).
- Yosri, N., Khalifa, S. A. M., Guo, Z., Xu, B., Zou, X., & El-Seedi, H. R. (2021). Marine organisms: Pioneer natural sources of polysaccharides/proteins for green synthesis of nanoparticles and their potential applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 193(PB), 1767–1798. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.10.229>
- Youssef, Z., Vanderesse, R., Colombeau, L., Baros, F., Roques-Carmes, T., Frochot, C., Wahab, H., Toufaily, J., Hamieh, T., Acherar, S., & Gazzali, A. M. (2017). The application of titanium dioxide, zinc oxide, fullerene, and graphene nanoparticles in photodynamic therapy. *Cancer Nanotechnology*, 8(1). <https://doi.org/10.1186/s12645-017-0032-2>
- Yuan, X., Wei, Q., Ke, H., Huang, Z., & Chen, D. (2019). Structural color and photocatalytic property of polyester fabrics coated with Ag/ZnO composite films. *International Journal of Clothing Science and Technology*, 31(4), 487–494. <https://doi.org/10.1108/IJCST-09-2018-0112>
- Yuen, W., & Wünsche, B. (2011). An evaluation on woven cloth rendering techniques. *Proceedings of the 26th International Image and Vision Computing New Zealand Conference (IVCNZ 2011)*, 2005, 7–12.
- Zhang, C., Cui, F., Zeng, G. ming, Jiang, M., Yang, Z. zhu, Yu, Z. gang, Zhu, M. ying, & Shen, L. qing. (2015). Quaternary ammonium compounds (QACs): A review on occurrence, fate and toxicity in the environment. *Science of the Total Environment*, 518–519, 352–362. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2015.03.007>

- Zhang, J., Sun, L., Yin, J., Su, H., Liao, C., & Yan, C. (2002). Control of ZnO morphology via a simple solution route. *Chemistry of Materials*, 14(10), 4172–4177. <https://doi.org/10.1021/cm020077h>
- Zhang, W., & Yanagisawa, K. (2007). Hydrothermal synthesis of zinc hydroxide chloride sheets and their conversion to ZnO. *Chemistry of Materials*, 19(9), 2329–2334. <https://doi.org/10.1021/cm0626841>
- Zhang, Y., & Muhammed, M. (2001). Critical evaluation of thermodynamics of complex formation of metal ions in aqueous solutions - VI. Hydrolysis and hydroxo-complexes of Zn²⁺ at 298.15 K. *Hydrometallurgy*, 60(3), 215–236. [https://doi.org/10.1016/S0304-386X\(01\)00148-7](https://doi.org/10.1016/S0304-386X(01)00148-7)
- Zhao, Z., Zhou, J., Fan, T., Li, L., Liu, Z., Liu, Y., & Lu, M. (2018). An effective surface modification of polyester fabrics for improving the interfacial deposition of polypyrrole layer. In *Materials Chemistry and Physics*. Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.09.062>
- Zhou, W., Apkarian, R., Wang, Z. L., & Joy, D. (2007). Fundamentals of scanning electron microscopy (SEM). *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*, 1–40. https://doi.org/10.1007/978-0-387-39620-0_1
- Zoubeik, M., Ismail, M., Salama, A., & Henni, A. (2018). New developments in membrane technologies used in the treatment of produced water: a review. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 43(5), 2093–2118. <https://doi.org/10.1007/s13369-017-2690-0>

Anexos

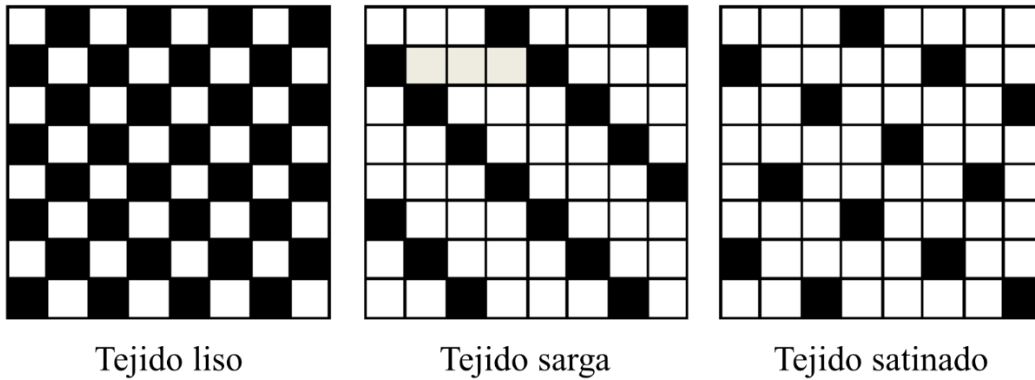
Anexo 1: Figuras complementarias	2
Anexo 2: Pruebas de fotocatalisis	3

Anexo 1: Figuras complementarias

Estructura de tejido: Los tres patrones de tejido fundamentales se muestran en la siguiente imagen.

Figura A.1.

Ejemplos de diferentes patrones de tejido. Los cuadrados blancos representan hilo de trama y los cuadrados negros representan hilo de urdimbre.



Nota: Adaptado de (Yuen & Wünsche, 2011).

Anexo 2: Pruebas de fotocatalisis

Los resultados mostrados a continuación pertenecen a un trabajo realizado por Andrea López (Universidad de Sonora, México), quién realizó una estancia en la Universidad Nacional de Ingeniería y reportó estos resultados en un informe interno.

Los experimentos se realizaron el día 08 de marzo de 2022 de las 11:40 a las 14:00 horas. Los catalizadores fueron los compósitos PES-NPs-ZnO-5 y PES-NPs-ZnO-10 con recortes de 16 cm x 4 cm, y el compuesto a degradar fue azul de metileno (MB, *methylene blue*). Los espectros de UV-Vis presentados en las Figuras A.2-A.4 revelan la capacidad fotocatalítica de los compósitos PES-NPs-ZnO-5 y PES-NPs-ZnO-10 para la degradación de MB, con una eficiencia de remoción de 46 % y 51 %, respectivamente (Tabla A.1).

Figura A.2.

Blanco de MB (azul de metileno) expuesto a radiación solar.

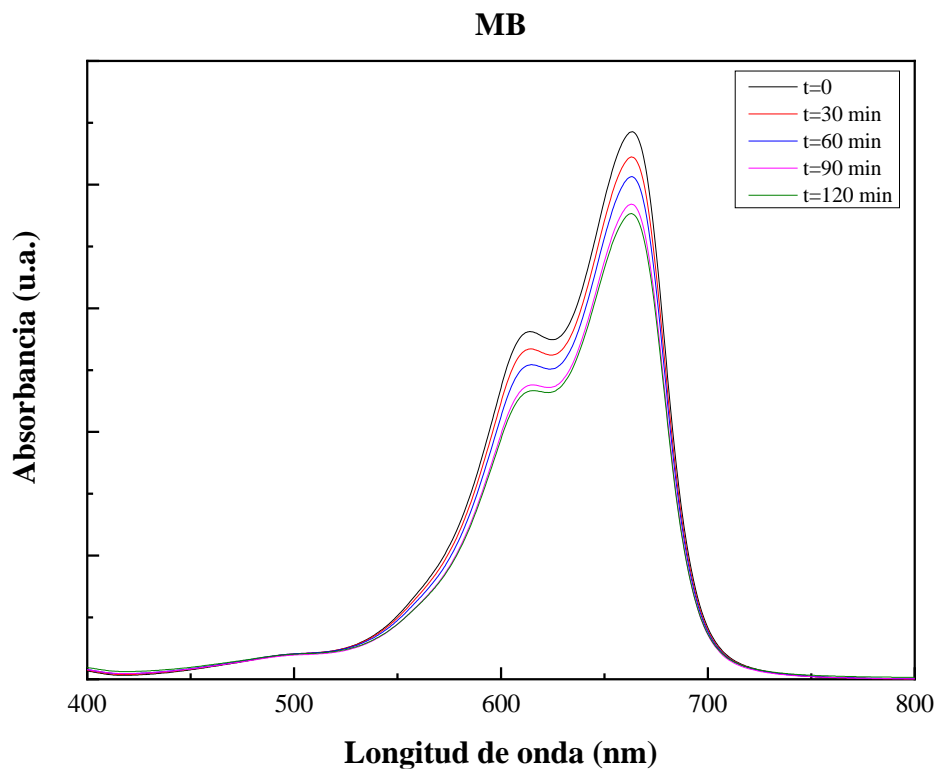


Figura A.3.

PES con MB expuesto a la radiación solar.

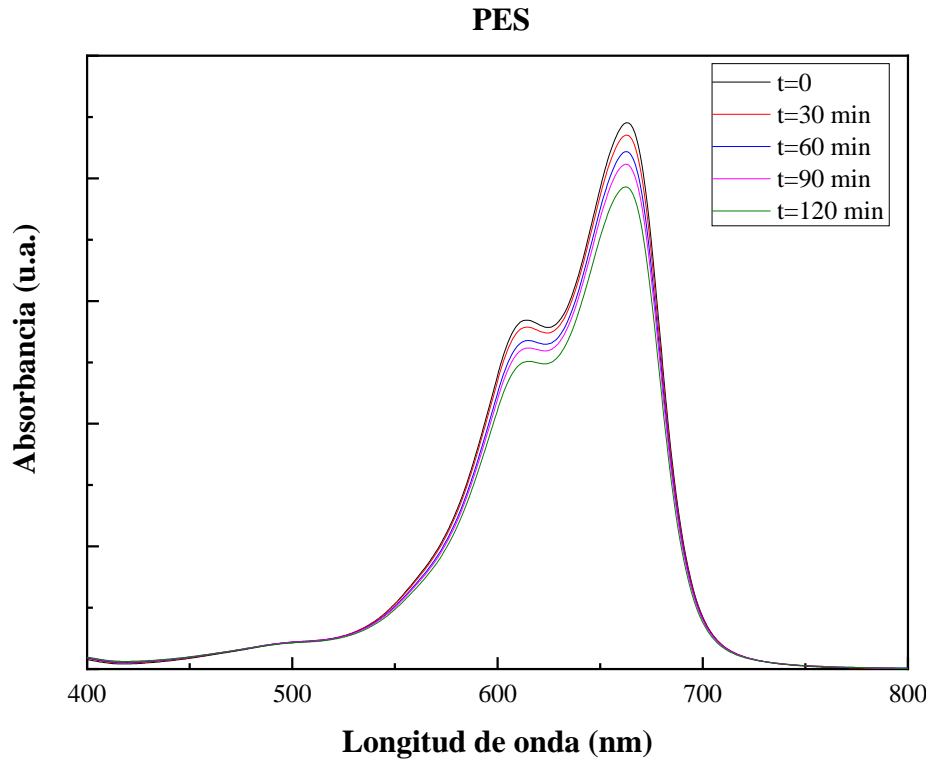


Figura A.4.

PES-NPs-ZnO-5 con MB expuesto a la radiación solar.

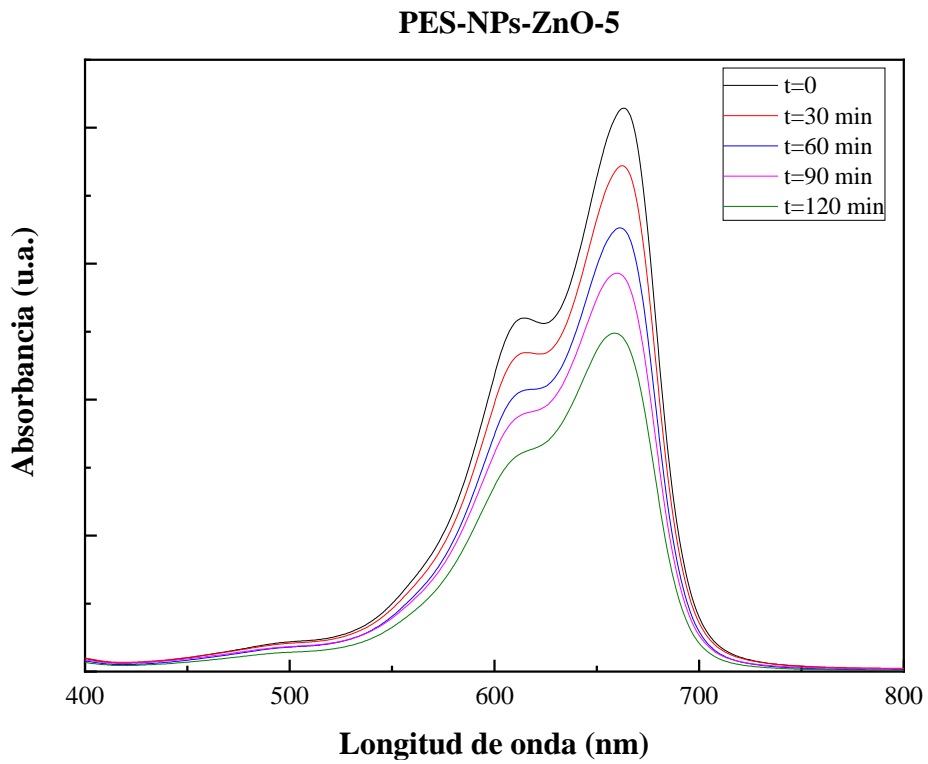


Figura A.5.

PES-NPs-ZnO-10 con MB expuesto a la radiación solar.

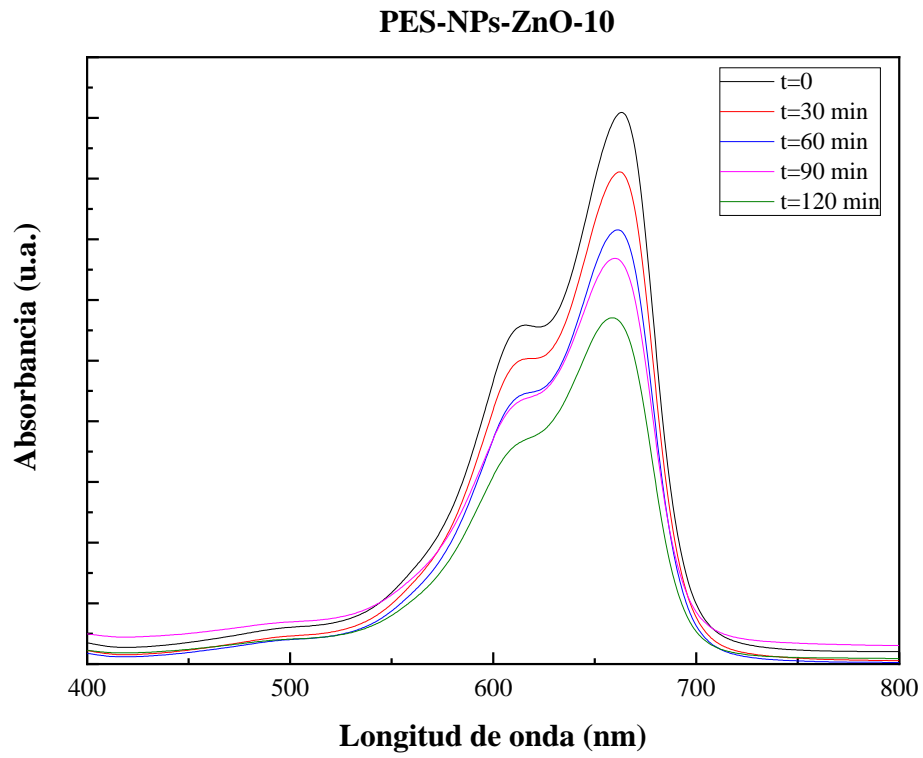


Tabla A.1.

Porcentaje de MB (azul de metileno) removido.

Muestra	Porcentaje removido (%)
MB blanco	16,21 %
PES	9,04 %
PES-NPs-ZnO-5	45,84 %
PES-NPs-ZnO-10	50,88 %