



**INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TLALNEPANTLA**

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**

**“Modificación superficial de materiales por medio de nanoestructuras de ZnO  
obtenidos por PVD e hidrotérmico”**

**TESIS**

**PARA OBTENER EL GRADO DE:**

**MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA**

**PRESENTA:**

**Ing. Fortino Fabián Estrada Martínez**

**DIRECTOR DE TESIS: Dr. Oscar Armando Gómez Vargas**

**CO-DIRECTOR DE TESIS: Dr. Roberto Carlos Vega Morón**





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

OFICIO No. 241/03/2023

Asunto: Aceptación de tesis

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

Por este conducto, los integrantes del Comité Tutorial del C. FORTINO FABIÁN ESTRADA MARTÍNEZ con número de control MZ1254102, de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería, le informamos que hemos revisado el trabajo de tesis titulado "MODIFICACIÓN SUPERFICIAL DE MATERIALES POR MEDIO DE NANOESTRUCTURAS DE ZnO OBTENIDOS POR PVD E HIDROTÉRMICO" y observamos que se han realizado todas las correcciones que le fueron indicadas, por lo que acordamos aceptar el documento de tesis y le solicitamos la autorización de impresión definitiva.

**ATENTAMENTE**

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

**DIRECTOR DE TESIS**



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

**CODIRECTOR DE TESIS**



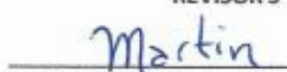
Roberto Carlos Vega Morón  
Doctorado en Ciencias en Ingeniería Mecánica  
Ced. Profesional 11959621

**REVISOR 2**



José Erick Valencia  
Maestro en ciencias alimentarias  
Ced. Profesional 10295202

**REVISOR 3**



Martín Ortiz Domínguez  
Doctor en ciencias en Ingeniería Mecánica  
Ced. Profesional 10295202

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



Unidad Centro: Av. Instituto Tecnológico S/N, Col. La Comunidad, C.P. 54070 Tlalnepantla de Baz, Estado de México. Tel. 55 5555 3261/ 55 5390 0209.  
Unidad Oriente: Av. Herrillo Mana S/N, Col. Lázaro Cárdenas La Presa, C.P. 54187 Tlalnepantla de Baz, Estado de México. Tel. 55 2065 4997.  
tecnm.mx | tlalnepantla.tecnm.mx





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

OFICIO DEPI 247/03/2023

**ASUNTO:** Autorización de impresión de tesis

**C. ESTRADA MARTÍNEZ FORTINO FABIÁN**  
**CANDIDATO AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA**  
**PRESENTE**

Por este conducto, tengo el agrado de comunicarle que el Comité Tutorial asignado a su trabajo de tesis titulado **"MODIFICACIÓN SUPERFICIAL DE MATERIALES POR MEDIO DE NANOESTRUCTURAS DE ZnO OBTENIDAS POR PVD E HIDROTÉRMICO"** ha informado a esta Jefatura que están de acuerdo con el trabajo presentado. Por lo anterior, se le autoriza que proceda con la impresión definitiva de su trabajo de tesis.

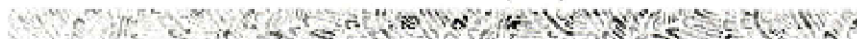
Esperando que el logro del mismo sea acorde con sus aspiraciones profesionales, reciba un cordial saludo.

**ATENTAMENTE**

*Excmo. en Educación Investigada  
Por la Universidad Tecnológica de su Pueblo*

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

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



## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco al Tecnológico Nacional de México y al Instituto Tecnológico de Tlalnepantla por la oportunidad que me han brindado para realizar mis estudios de Maestría.

Al Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey Campus Estado de México por acceso al laboratorio de Ingeniería de Superficies, para realizar la experimentación para este trabajo de investigación.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por el apoyo otorgado a través de la beca número 803303.

Al Consejo Mexiquense de Ciencia y Tecnología por la beca con folio: 2021BPC1-M0351 otorgada en el primer semestre.

A mis asesores de tesis: Dr. Oscar Armando Gómez Vargas y Dr. Roberto Carlos Vega Morón por el apoyo que me dieron, asesoría y revisión de este trabajo.

A la Dra. Dulce Viridiana Melo Máximo por el apoyo, consejo y orientación brindado al realizar la investigación de este trabajo y al Ingeniero Mario Andrei Loperena Dorta por brindarme la confianza y capacitación para el uso de los equipos de caracterización empleados para la realización de este trabajo.

Al Dr. Tomas De la Mora del Tecnológico de Estudios Superiores de Jocotitlán por brindarnos el apoyo para en la caracterización de difracción de rayos X, sus consejos y orientación brindados.

A mis compañeros Celia y Axel del Instituto Tecnológico de Tlalnepantla y al grupo de trabajo del laboratorio de ingeniería de superficies del Instituto Tecnológico de Monterrey campus Estado de México, Romi, Brayan, Dania y Juan, por su apoyo y gran amistad brindados durante el desarrollo de este trabajo de investigación.

## DEDICATORIA

A Dios por permitirme seguir formándome profesionalmente y como persona, quien nunca nos deja solos, porque siempre nos brinda una esperanza para no desmotivarnos en la vida.

Dedicado a mi esposa Liz quien siempre me ha apoyado en todo momento, por la motivación y aliento para seguir adelante. A mis hijas Julieta y Fátima, que siempre tienen una palabra de aliento y ánimo, por siempre dar un abrazo para darme fuerza.

Al R. P. Abad Jorge Acuña Herrera<sup>t</sup>, quien en con sus consejos supo darme aliento y fortaleza, por alentarme a continuar formándome como persona y profesionalmente, por enseñarme que la mejor forma de agradecer a Dios es ayudando a los demás.

A mis padres Eusebia<sup>t</sup> y Sergio<sup>t</sup> que, aunque ya no se encuentren conmigo, siguen dándome fortaleza para seguir adelante recordando cada uno de sus consejos. A mis hermanos Sergio, Edmundo y Antonio por siempre apoyarme y por sus consejos.

A mi segunda familia Antonio, Aristeo, Ricardo, Alejandra, Dulce, Jorge, Rosalio, Josefina<sup>t</sup>, Osvaldo, Sofia y David por siempre apoyarme en todo momento, por sus palabras de aliento y motivación, por sus buenos consejos.

A mis demás familiares y amigos, por demostrar que siempre contare con su apoyo incondicional y que con esfuerzo y dedicación se puede seguir adelante a pesar de los obstáculos que la vida nos ponga enfrente.

Dedicada a todos ellos con mucho cariño, admiración y respeto.

## ÍNDICE

RESUMEN.....	ix
ABSTRACT.....	x
Introducción .....	11
Justificación .....	12
Objetivos.....	13
Objetivo general .....	13
Objetivos específicos .....	13
Capítulo 1. Marco teórico.....	14
1.1 Aceros inoxidables .....	14
1.1.1 Aceros inoxidables 316L .....	14
1.2 Biocompatibilidad .....	15
1.3 Películas delgadas biocompatibles .....	16
1.4 Nanocables de óxido de zinc .....	16
1.5 Películas delgadas de ZnO .....	17
1.6 Métodos de fabricación de nanocables de ZnO .....	19
1.6.1 Método sol- gel.....	21
1.6.2 Dip-coating .....	21
1.6.3 Spray-coating .....	22
1.6.4 Método hidrotermal .....	22
1.6.5 Método de PVD (Physical Vapor Deposition).....	24
1.6.6 Método CVD.....	27
1.7 Ángulo de Contacto o Medición de ángulo de contacto .....	27

1.7.1 Ecuación de Young modificada .....	28
1.7.2 Efecto de la rugosidad en el ángulo de contacto.....	28
1.7.3 Tipos de ángulos de contacto .....	29
Capítulo 2. Estado del arte. ....	31
Capítulo 3. Diseño experimental.....	34
Fabricación de nanocables de ZnO por el método de PVD e hidrotérmico.....	35
Síntesis de la semilla de ZnO mediante PVD .....	35
Método hidrotermal .....	36
Caracterización de las muestras recubiertas (MEB+EDS, Ángulo de contacto, pruebas de adhesión y microscopia óptica).....	38
Capítulo 4. Análisis y discusión de resultados .....	42
4.1 Deposito de semilla de ZnO por el método de PV. ....	43
4.2 Caracterización de los nanocables por Microscopia Electrónica de Barrido. ....	44
4.3 Medición de espesor y longitud de nanocables de ZnO.....	63
4.4 Medición de ángulo de contacto.....	66
4.5 Ensayos de adhesión.....	74
Capítulo 5. Conclusiones.....	80
Capítulo 6. Referencias. ....	81
Capítulo 7. ANEXOS .....	86
Articulos de divulgación científica publicados. ....	91

## Lista de tablas

No. De tabla	Descripción	Página
1	Composición del acero AISI 316L.	15
2	Aplicaciones de la tecnología de películas delgadas de ZnO.	19
3	Estado del Arte de nanocables de ZnO.	31
4	Concentraciones de los reactivos químicos a emplear.	37
5	Tiempos de proceso de los sustratos de acero 316L mediante el proceso de PVD e hidrotermal.	42
6	Concentración en % peso de Zn y O presentes en la semilla depositada por PVD.	43
7	Concentración en % peso de Zn y O de los nanocables sintetizados por 1 hora por el método hidrotermal.	46
8	Concentración en % peso de Zn y O de los nanocables sintetizados por 2 horas por el método hidrotermal.	46
9	Concentración en % peso de Zn y O de los nanocables sintetizados por 4 horas por el método hidrotermal.	49
10	Concentración en % peso de Zn y O de los nanocables sintetizados por el método hidrotermal.	50
11	Parámetros empleados en la medición del ángulo de contacto.	71

12	Tiempos de proceso de los sustratos de acero 316L mediante el proceso de PVD e hidrotermal.	86
13	Concentración en % peso de Zn y O de los nanocables sintetizados por el método hidrotermal.	88
14	Parámetros empleados en la medición del ángulo de contacto.	90



## Lista de figuras

No. De figura	Descripción	Página
1	Nanocables de ZnO.	17
2	Métodos de deposición de películas delgadas.	18
3	Estructura tetraédrica del óxido de zinc.	20
4	Método hidrotérmico.	23
5	Deposición física de vapores.	25
6	Sustrato y película formada.	25
7	Representación de una gota de líquido que ejemplifica las cantidades en la ecuación de Young.	28
8	Estructura de la capa de Zn y ZnO sobre un sustrato de acero 316L.	34
9	Desarrollo experimental.	35
10	Reactor de Deposito Físico Fase Vapor (PVD).	36
11	Estructura de la capa de Zn y ZnO sobre un sustrato de acero 316L.	37
12	Muestras para proceso de Método Hidrotérmico.	38
13	Microscopio Electrónico de Barrido JOEL JSM-6360LV.	38

14	Equipo armado para la medición de ángulo de contacto.	39
15	Software ImageJ empleado para la medición de ángulo de contacto.	40
16	Durómetro Rockwell C Louis Small.	40
17	Microscopio Óptico OLIYMPUS.	41
18	Análisis de dispersión de energía de la semilla de ZnO sobre un acero 316L.	44
19	Mapeo por elementos de la semilla de ZnO sobre un acero 316L.	44
20	Análisis de dispersión de energía del método hidrotermal a 1 hora.	45
21	Mapeo por elemento de los nanocables generados a 1 hora de proceso hidrotermal.	45
22	Análisis de dispersión de energía del método hidrotermal a 2 horas.	47
23	Mapeo por elemento de los nanocables generados a 2 horas de proceso hidrotermal.	47
24	Análisis de dispersión de energía del método hidrotermal a 4 horas.	48
25	Mapeo por elemento de los nanocables generados a 4 horas de proceso hidrotermal.	48

26	Análisis de dispersión de energía del método hidrotermal a 6 horas.	49
27	Mapeo por elemento de los nanocables generados a 6 horas de proceso hidrotermal.	50
28	Difracción de rayos X de la muestra M7.	51
29	Superficie de la muestra M1 recubierta con nanocables de ZnO.	52
30	Superficie de la muestra M2 recubierta con nanocables de ZnO.	53
31	Superficie de la muestra M3 recubierta con nanocables de ZnO.	54
32	Superficie de la muestra M4 recubierta con nanocables de ZnO.	55
33	Superficie de la muestra M5 recubierta con nanocables de ZnO.	56
34	Superficie de la muestra M6 recubierta con nanocables de ZnO.	57
35	Superficie de la muestra M7 recubierta con nanocables de ZnO.	58
36	Superficie de la muestra M8 recubierta con nanocables de ZnO.	59
37	Superficie de la muestra M9 recubierta con nanocables de ZnO.	60

38	Superficie de la muestra M10 recubierta con nanocables de ZnO.	61
39	Superficie de la muestra M11 recubierta con nanocables de ZnO.	62
40	Superficie de la muestra M12 recubierta con nanocables de ZnO.	63
41	Medición del radio de los nanocables de ZnO.	64
42	Medición de la longitud de los nanocables de ZnO.	65
43	Medición de espesor de capa en la muestra M6.	66
44	Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 1 hora de proceso hidrotermal.	67
45	Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 2 hora de proceso hidrotermal.	68
46	Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 4 hora de proceso hidrotermal.	69
47	Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 6 hora de hidrotermal.	70
48	Micrografías con nanocables de ZnO de las superficies de las muestras M1 a M12.	73
49	Fases de crecimiento de nanocables de ZnO.	74
50	Principio del ensayo de adhesión de la norma VDI 3198.	75

51	Prueba de adhesión a la superficie recubierta con nanocables de ZnO de las muestras M1, M2 y M3.	76
52	Prueba de adhesión a la superficie recubierta con nanocables de ZnO de las muestras M4, M5 y M6.	77
53	Prueba de adhesión a la superficie recubierta con nanocables de ZnO de las muestras M7, M8 y M9.	78
54	Prueba de adhesión a la superficie recubierta con nanocables de ZnO de las muestras M10, M11 y M12.	79
55	Análisis de dispersión de energía del método de PVD a 5 segundos e hidrotermal a 4, 2 y 1 hora.	86
56	Mapeo por elementos del método de PVD a 5 segundos e hidrotermal a 4, 2 y 1 hora.	87
57	Análisis de dispersión de energía del método de PVD a 1 segundo e hidrotermal a 4, 2 y 1 hora.	87
58	Análisis de dispersión de energía del método de PVD a 1 segundo e hidrotermal a 4, 2 y 1 hora.	88
59	Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 5 segundos de método PVD y 4, 2 y 1 hora de hidrotermal.	89
60	Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 1 segundos de método PVD y 4, 2 y 1 hora de hidrotermal.	89

## RESUMEN

La necesidad de mejorar las propiedades superficiales de los materiales ha generado que la investigación busque soluciones a problemáticas existentes en cuanto a corrosión, desgaste, biocompatibilidad, etc. Por eso se han desarrollado recubrimientos superficiales (películas delgadas, nanoestructuras, etc.), los cuales alargan la vida útil de éstos. En particular, la síntesis de nanocables de óxidos de zinc (ZnO) ha tomado gran importancia en el campo de la investigación, ya que presentan propiedades únicas, debido a la reacción superficial que genera en el sustrato recubierto y la relación superficie/volumen.

En el presente trabajo de investigación se sintetizaron semillas de ZnO en sustratos de acero 316L mediante el proceso de deposición física de vapor (PVD por sus siglas en inglés) y el crecimiento de nanocables de ZnO mediante el método hidrotermal, a diferentes tiempos de proceso. Los sustratos recubiertos se caracterizaron mediante Microscopia Electrónica de Barrido (MEB), espectroscopia por dispersión de energía (EDS), ángulo de contacto, ensayos de adhesión y microscopia óptica. La medición de ángulo de contacto indica que la mayoría de las muestras analizadas son hidrofílicas, ya que su ángulo de contacto es menor a  $90^\circ$ ; en dos de los sustratos se obtuvieron ángulos de  $91.123^\circ$  y  $121.449^\circ$ , que corresponden a superficies hidrofóbicas. Se lograron obtener nanoestructuras de ZnO de acuerdo con el análisis de dispersión de energía, además, se obtuvo una adherencia aceptable de acuerdo con la norma VDI 3198.

## **ABSTRACT**

The need to improve the surface properties of materials has generated research to seek solutions to existing problems in terms of corrosion, wear, biocompatibility, etc. For this reason, surface coatings (thin films, nanostructures, etc.) have been developed, which extend their useful life. In particular, the synthesis of zinc oxide (ZnO) nanowires has gained great importance in the field of research, since it presents unique properties, due to the surface reaction it generates on the coated substrate and the surface/volume ratio.

In the present research work, ZnO seeds were synthesized on 316L steel substrates through the physical vapor deposition (PVD) process and the growth of ZnO nanowires through the hydrothermal method, at different process times. The coated substrates were characterized by Scanning Electron Microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), contact angle, adhesion assays, and light microscopy. The contact angle measurement indicates that most of the samples analyzed are hydrophilic, since their contact angle is less than  $90^\circ$ ; in two of the substrates the angles of  $91.123^\circ$  and  $121.449^\circ$  were changed, which correspond to hydrophobic surfaces. It was possible to obtain ZnO nanostructures according to the energy dispersion analysis, in addition, an acceptable adherence was obtained according to the VDI 3198 standard.

## Introducción

La ingeniería de superficies es un área tecnológica cuya finalidad es aportar valor y funcionalidad a los materiales mediante la aplicación de recubrimientos y tratamientos superficiales avanzados. Esta área es de suma importancia ya que tiene aplicaciones en diferentes áreas de la ingeniería como la energía renovable, aeronáutica, biomédica, entre otras. También, existen materiales que tienen la capacidad de modificar el comportamiento hidrofóbico e hidrofílico de las superficies (nanotubos de carbono, etc.), es decir la afinidad o rechazo al agua y otros que permiten tener propiedades antibacterianas (nanopartículas de cobre, etc.). Dentro de la ingeniería de superficies, existen procesos que permiten la fabricación de recubrimientos con características particulares como composición, estructura, propiedades mecánicas o textura, la búsqueda de estas propiedades va a depender de la aplicación final que se desea. Un ejemplo de los procesos que generan recubrimientos es el proceso de deposición física de vapor (PVD, por sus siglas en inglés), que es una técnica de recubrimiento por vaporización que transfiere material a nivel atómico, evaporando el elemento de interés a depositar en fase vapor por métodos físicos [1], en una atmósfera controlada y empleando un gas inerte como medio de transporte; el material evaporado se deposita sobre el sustrato formando así una película delgada al condensarse. Otro proceso es el método hidrotermal, mediante el cual se pueden generar nanoestructuras en la superficie de sustratos que pueden ser metálicos, polímeros, cerámicos, entre otros, para modificar sus propiedades hidrofílicas o hidrofóbicas.



## Justificación

En la industria biomédica existen materiales que son utilizados en prótesis e implantes como el acero 316L y aleaciones de CoCrMo o  $Ti_6Al_4V$ . Aun siendo materiales biocompatibles, algunos pacientes presentan rechazo por la proliferación de bacterias en la zona del implante, lo que hace inevitable la búsqueda de alternativas que permitan mejorar el desempeño de estos. El desarrollo de recubrimientos presenta la ventaja de mejorar el comportamiento de este tipo de aleaciones en un sistema real. Se han realizado estudios que demuestran que empleando un recubrimiento de óxido de zinc (ZnO) nanoestructurado se puede reducir en un gran porcentaje el crecimiento de bacterias, gracias a su efectividad en la inhibición antibacteriana. En el presente trabajo se pretenden modificar superficies produciendo películas de ZnO nanoestructuradas con diferentes morfologías obtenidas por método de PVD e Hidrotérmico, modificando las variables de proceso con el fin de que en un futuro puedan considerarse como superficies que inhiban el crecimiento de bacterias.

## **Objetivos**

### **Objetivo general**

Estudiar el efecto de los parámetros de proceso en las propiedades de humectabilidad de recubrimientos nanoestructurados de óxido de zinc obtenidos por PVD y por método hidrotermal en acero 316L.

### **Objetivos específicos**

- Sintetizar recubrimientos de ZnO en aceros 316L por PVD como semilla.
- Sintetizar nanocables de ZnO por el método hidrotermal a diferentes tiempos de proceso.
- Caracterizar microestructuralmente los recubrimientos por microscopia electrónica de barrido (MEB).
- Evaluar la humectabilidad de los recubrimientos mediante ángulo de contacto.
- Evaluar la adhesión de los recubrimientos mediante ensayos de adhesión de acuerdo con la norma VDI 3198.
- Obtener la micrografía del ensayo de adhesión mediante microscopia óptica.

# Capítulo 1. Marco teórico

## 1.1 Aceros inoxidable

Los aceros inoxidable son aleaciones de Fe, cuyo principal elemento de aleación es el cromo, debe contener un mínimo de 11%. Este porcentaje de Cr es proveniente de la formación de óxido de hierro.

Debido a que contiene en la superficie una capa pasiva muy delgada de óxido, que es autoformable en una amplia gama de ambientes, lo hacen resistente a la corrosión. Los aceros inoxidable se dividen dependiendo de su estructura en:

- Martensíticos
- Austeníticos
- Ferríticos
- Aceros Dúplex los cuales contienen ferrita y austenita en la misma proporción.

En algunos aceros inoxidable se aumenta el contenido de Cr y de otros elementos aleantes para modificar sus propiedades.

Al modificar algunos de los elementos de aleación se puede mejorar su resistencia a la corrosión, algunos de ellos son:

- Molibdeno. Al adicionar este elemento más nitrógeno, se tiene un aumento en la resistencia a las picaduras y grietas por corrosión.
- Carbono. Al disminuir el contenido de este o estabilizándolo con titanio o niobio, disminuye la corrosión intergranular de materiales soldados.
- Níquel y cromo. Al adicionarlos se mejora la resistencia a la oxidación a altas temperaturas, la adición de níquel incrementa la resistencia a la corrosión por esfuerzos [2].

### 1.1.1 Aceros inoxidable 316L

El acero inoxidable 316L es un acero austenítico, no magnetizable y no endurecible térmicamente. El contenido de carbono es de 0.08% como máximo, mientras que el níquel se incrementa ligeramente. La diferencia entre un acero 316L y un acero 314 es la adición de molibdeno a 3% como máximo.

El molibdeno en esta aleación incrementa la resistencia a la corrosión, lo cual hace que esta aleación resista el ataque químico de muchos solventes y en particular, inhibe las picaduras provocadas por cloruros. Como tal, el molibdeno es uno de los aditivos de aleación empleados para la prevención contra la corrosión [3]. En la siguiente tabla se presenta la composición del acero AISI 316L.

Tabla 1 Composición del acero AISI 316L.

<b>Elemento</b>	<b>% peso</b>
<b>Cr</b>	16.55
<b>Ni</b>	10
<b>Mo</b>	2.04
<b>C</b>	0.021
<b>Mn</b>	1.67
<b>Si</b>	0.40
<b>P</b>	0.032

## **1.2 Biocompatibilidad**

Los recubrimientos y películas delgadas en diversos materiales ofrecen una gran gama de aplicaciones en biología y medicina.

La biocompatibilidad describe al efecto de un material en un sistema biológico, hoy en día el término es empleado para describir una respuesta adecuada del material al tejido huésped y el sistema vivo. El término bioactividad es introducido para describir materiales biocompatibles en los cuales se puedan adherir células y tejidos.

Existen diferentes posibilidades por las cuales los materiales presentan una biocompatibilidad buena o mala. La estructura y la rugosidad de la superficie determinan

las propiedades de adhesión celular y pueden mejorar o suprimir la corrosión y la degradación [4].

### **1.3 Películas delgadas biocompatibles**

La biocompatibilidad de muchas películas delgadas y diversos recubrimientos han atraído la investigación médica durante décadas. Un recubrimiento biocompatible puede mejorar la vida útil de materiales usados en implantes. Con este fin, se ha estudiado la resistencia a la corrosión y la interacción de células individuales y tejidos con diversos materiales hechos de metales, aleaciones metálicas, cerámicas y materiales a base de carbono [4].

### **1.4 Nanocables de óxido de zinc**

Los nanocables son nanomateriales que pueden medir de 1 a 100 nanómetros de diámetro (Figura 1). Estas nanoestructuras obtienen sus propiedades dependiendo del método de preparación. El primer nanocable se fabricó en 1987 por Bell Laboratories. Los nanocables pueden ser sintetizados empleando diversos materiales como el silicio, germanio, cromo, carbón, oro, cobre, entre otros en diferentes sustratos; dependiendo del tamaño que se tenga pueden ser controlados con precisión [5]. El radio de los nanocables es muy pequeño y pueden extenderse cientos de micrómetros.

Los nanocables de ZnO tienen propiedades como la biodegradabilidad, biocompatibilidad, bioseguridad, alta sensibilidad y afinidad por compuestos gaseosos, luz ultravioleta, entre otras. El ZnO puede presentarse de tres formas: esfalerita, halita y wurtzita, siendo esta última la más estable termodinámicamente a temperaturas y presiones normales. El arreglo entre los iones de oxígeno y zinc permiten un acomodo cristalino hexagonal en el cual pueden acomodarse distintos materiales ajenos a la composición original, así como integrar recubrimientos [6].

El tamaño de los nanocables modifica sus propiedades físicas [7], ya que puede reducir el tamaño de un material a una escala nanométrica, reduciendo su punto de fusión, lo que permite desarrollarlos a bajas temperaturas y controlar su morfología.

Los diferentes tipos de nanocables dependen de su composición, de acuerdo con la aplicación y uso al cual se destinen, existen nanocables con diferentes propiedades como son: nanocables semiconductores, fotónicos, biomédicos y electrónicos.

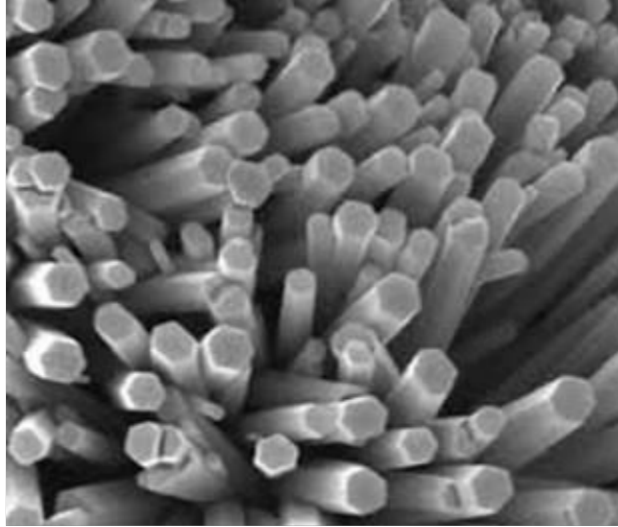


Figura 1 Nanocables de ZnO [8]

### **1.5 Películas delgadas de ZnO**

El óxido de zinc (ZnO) ha contribuido durante muchos años al desarrollo de diferentes campos en los cuales se puede emplear, por ejemplo, en la fabricación de vidrios especiales, la industria química y cerámica, en la industria automotriz, entre muchas más [9]. El ZnO es un compuesto atóxico para el medio ambiente, con un gran interés en la rama farmacéutica. El ZnO tiene excelentes propiedades ópticas y eléctricas, debido a su alta transparencia y a su banda prohibida de energía relativamente amplia. Por sus propiedades químicas, el óxido de zinc cuenta con una alta energía de enlace.

Los materiales de ZnO producidos en forma de películas delgadas cuentan con propiedades fisicoquímicas diferentes a los materiales volumétricos. Por sus propiedades físicas, las películas delgadas de óxido de zinc se emplean principalmente en la producción de células solares, en sensores químicos de alta sensibilidad, en detectores de gas, diodos emisores de luz y transistores, dispositivos de protección contra sobretensiones y fotodetectores.

Las películas delgadas de ZnO son sintetizadas por diferentes técnicas, entre los cuales destacan los métodos químicos tales como: técnica de pulverización por pirólisis, técnica sol-gel y los métodos físicos como: evaporación térmica, deposición de láser pulsado (PLD, por sus siglas en inglés) y pulverización catódica.

Las propiedades fisicoquímicas, particularmente humectantes, caracterizadas por la energía superficial se utilizan en procesos con aplicaciones variadas.

En la Figura 2, se muestran los diferentes métodos por los cuales se pueden obtener películas delgadas de ZnO [10].

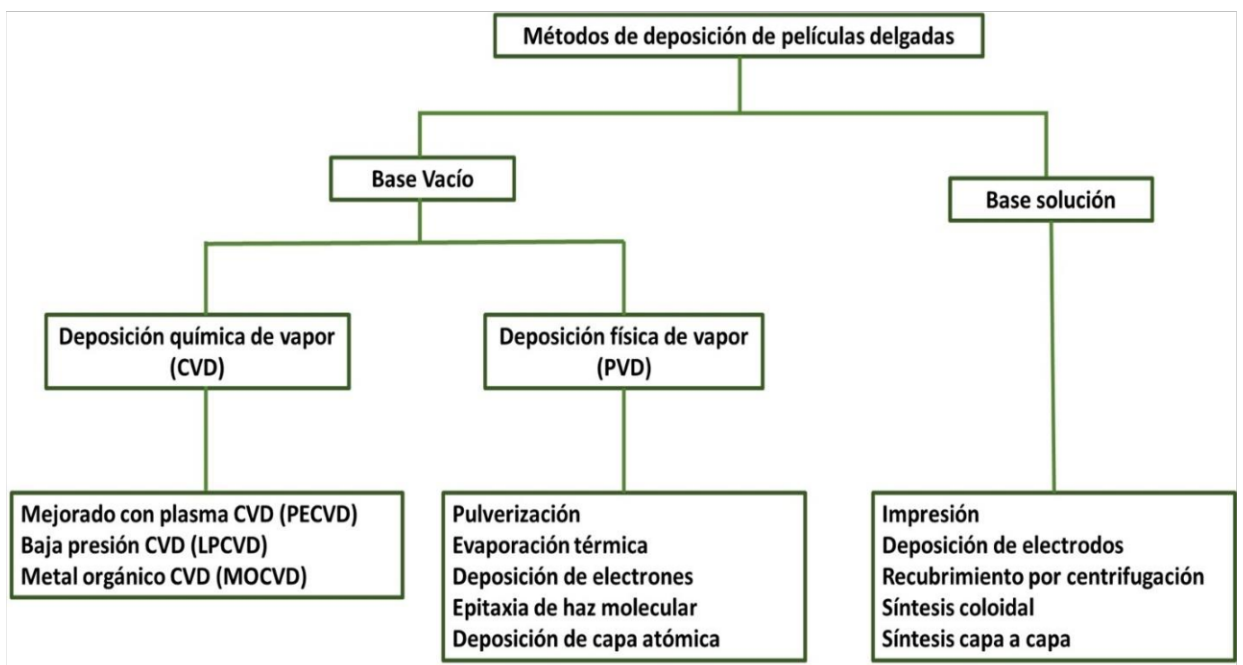


Figura 2 Métodos de deposición de películas delgadas.

En la tabla 2 se muestran las aplicaciones en las cuales se emplean las películas delgadas de ZnO [10].

Tabla 2 Aplicaciones de la tecnología de películas delgadas de ZnO.

<b>categoría</b>	<b>Aplicaciones</b>
Ingeniería y procesamiento	Capas protectoras y revestimientos de baja fricción para reducir el desgaste, la corrosión y la erosión; corrosión a alta temperatura; pasivación superficial; revestimientos decorativos; revestimientos catalíticos.
Optoelectrónica	Fotodetectores; pantalla de cristal líquido (LCD); memorias ópticas; aumento de luz por emisión de radiación (láser).
Óptica	Óptica integrada; revestimientos antirreflejos y altamente reflectantes (espejos láser, filtros de interferencia, espejos); divisor de haz; polarizador de película fina.
Electrónica	Elementos activos de película delgada (diodos, transistor); elemento pasivo de película delgada (interconexiones, resistencias, condensadores); dispositivo de carga acoplada (CCD); circuitos integrados de gran escala (VLSI)
Criotécnicas	Dispositivos de interferencia cuántica superconductores (SQUIDS); películas delgadas superconductoras; interruptores; recuerdos.
Sensores	Sensor de gas; biosensores.

### 1.6 Métodos de fabricación de nanocables de ZnO

En los últimos años se han estudiado principalmente los nanocables de carbono, de silicio y óxido de zinc (ZnO). El ZnO es un material semiconductor con banda prohibida de energía amplia (3.4 eV), también posee una gran energía de enlace de excitones (60 meV) a temperatura ambiente esto aplicado a la electrónica. El óxido de zinc puede



obtenerse en tres tipos de estructuras cristalinas como lo es la wurtzita, mezcla de zinc y sal de roca (o sal de Rochelle).

La estructura de la mezcla de zinc es estable solo por crecimiento en sustratos cúbicos. Las estructuras de sal de roca o sal de Rochelle (NaCl) pueden obtenerse a una presión relativamente alta (aproximadamente 10 GPa), como en el caso del nitruro de galio. La simetría de la wurtzita es una fase termodinámicamente estable en condiciones ambientales. La wurtzita de óxido de zinc posee una estructura hexagonal con parámetros de celosía  $a = 0.3296$  y  $c = 0.52065$  nm. La estructura de ZnO se puede manifestar como numerosos planos alternos que son en iones tetraédricos coordinados de  $O^{2-}$  y  $Zn^{2+}$ , dispuestos a lo largo del eje  $c$ , como se muestra en la Figura 3.

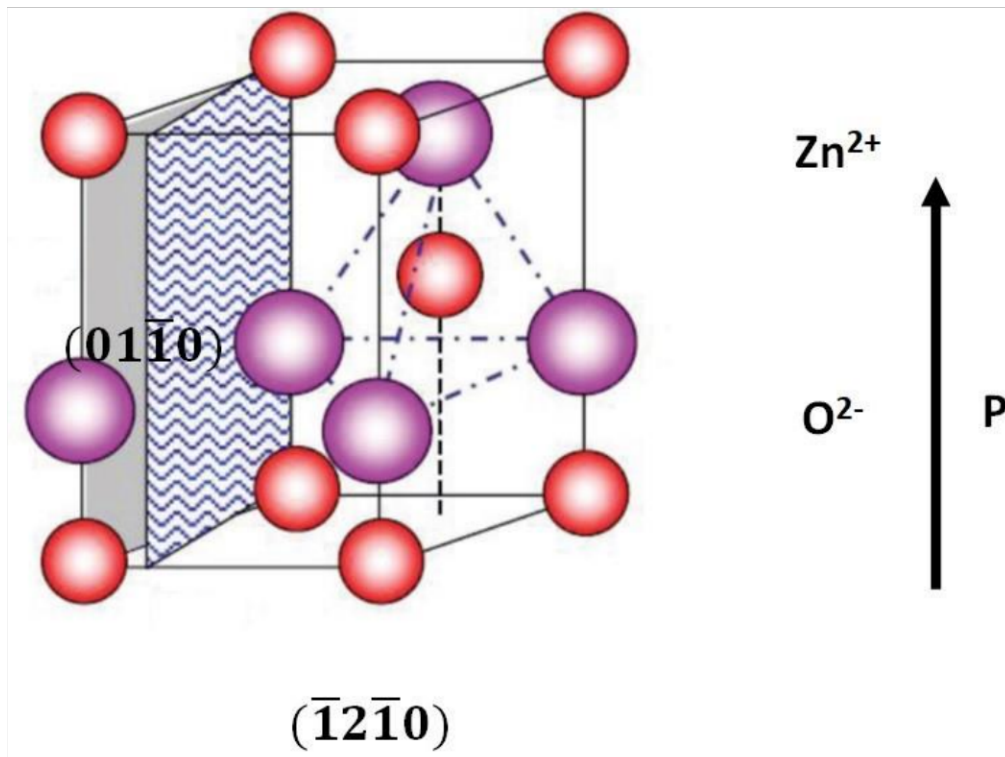


Figura 3 Estructura tetraédrica del óxido de zinc [11].

En la literatura se han reportado numerosas técnicas para la síntesis de nanocables de ZnO. Estas técnicas se han clasificado en dos áreas: fase vapor y de solución. La síntesis en fase vapor es muy empleada y se lleva a cabo en una cámara a alta temperatura, normalmente de 500 a 2000 °C. En la técnica de síntesis en fase vapor, el vapor del material deseado es generado por evaporación o por reducción química y

después este vapor se deposita sobre un sustrato de superficie sólida. El crecimiento de vapor líquido sólido (VLS), la deposición de láser pulsado (PLD, por sus siglas en inglés), la epitaxia en fase de vapor orgánico metálico (MOVPE), la deposición física de vapor (PVD) y la deposición química de vapor (CVD) son incluidas en la categoría de síntesis en fase de vapor.

La síntesis en fase de solución es un enfoque interesante y económico para la síntesis de nanocables a baja temperatura (<200 °C). Esta técnica ofrece una mayor flexibilidad para seleccionar el sustrato orgánico e inorgánico. El proceso de crecimiento en esta técnica se desarrolla en solución acuosa u orgánica o una mezcla de ambas. El método hidrotérmico, en microemulsión y a base de etanol son algunos de los tipos de síntesis en fase de solución.

### **1.6.1 Método sol- gel**

Este método se realiza a temperaturas bajas, el proceso implica la evolución de un sistema en estado líquido conocido como sol (suspensión coloidal de partículas sólidas con tamaño nanométrico) a una fase sólida denominada gel, el cual es un sólido formado por dos fases, la fase líquida que se encuentra atrapada e inmovilizada por la fase sólida. Durante la formación del sol y su evolución a gel ocurren dos reacciones, la hidrólisis y la condensación. Con este método se obtienen recubrimientos vítreos y cerámicos de alta densidad a temperaturas relativamente bajas [12].

### **1.6.2 Dip-coating**

Es un método simple, de bajo costo y reproducible; involucra la deposición de una película líquida mediante la inmersión del sustrato en una solución de compuestos metálicos hidrolizables; y su posterior extracción a velocidad constante. Al retirar el sustrato, se obtiene una película líquida homogénea en la superficie del sustrato [13]. El sustrato es secado a temperatura ambiente para eliminar los disolventes volátiles y producir reacciones químicas que darán lugar a una película fina de revestimiento.

### 1.6.3 Spray-coating

Este método usa instrumentos como el Spray-Coater ND-SP, el cual es un robot que obtiene nanopartículas a partir de un pulverizado, esto crea un recubrimiento homogéneo y de gota pequeña. Las nanopartículas se aceleran por medio de la inyección de gas a alta velocidad, generada mediante la expansión de un gas precalentado pasteurizado por una boquilla divergente-convergente; al impactar las partículas sólidas se deforman y crean una unión con el sustrato, generando un recubrimiento uniforme con poca porosidad y alta fuerza de enlace [6].

### 1.6.4 Método hidrotermal

El término hidrotermal fue introducido por Sir Roderik Muchinson al descubrir cambios en los minerales y rocas de la corteza terrestre por la acción del agua [14], temperatura y presión adecuada. Existen tres métodos de síntesis hidrotermal los cuales son:

- ● Isotermo: este método es para procesos en los que no se requiere gran eficiencia de transporte, por lo que no existe un cambio de temperatura.
- ● Gradiente de temperatura: esta técnica es empleada para el crecimiento cristalino, en este método los productos que generan la reacción son transportados de una mayor solubilidad a una menor.
- ● Método de decrecimiento de temperatura: este método es una variación del método de gradiente de temperatura; en este método la fase deseada se satura a gran temperatura y se precipita por enfriamiento.

Generalmente, la síntesis en fase de solución es llevada a cabo en una solución acuosa, a este proceso se le denomina método de crecimiento hidrotermal (Figura.4). Los métodos hidrotermales se han empleado ampliamente para la fabricación de nanomateriales 1D, es decir materiales que poseen al menos una de sus dimensiones en escala nanométrica. Los nanocables de ZnO cultivados hidrotermalmente poseen más defectos cristalinos que otros, principalmente debido a las vacantes de oxígeno [9].

Los nanocables con defectos inherentes son capaces de exhibir fotocatalisis de luz visible incluso sin dopar con metales de transición. El procedimiento general para la síntesis de nanocables de ZnO alineados verticalmente, cultivados en un sustrato por el método hidrotérmico es el siguiente:

- Se coloca una fina capa de nanopartículas de ZnO sobre un sustrato. La capa depositada promueve la nucleación para el crecimiento de nanowires debido al descenso de la barrera termodinámica.
- Se emplea un reactivo alcalino (como NaOH o hexametilentetramina) y una solución acuosa de mezcla de sal de Zn<sup>2+</sup> + (Zn (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, ZnCl<sub>2</sub>, etc.) como precursor (o solución de crecimiento).
- El sustrato sembrado con ZnO se mantiene en la solución de crecimiento a cierta temperatura y un período de tiempo determinado.
- El sustrato y la capa de crecimiento resultantes se lavan y se secan.

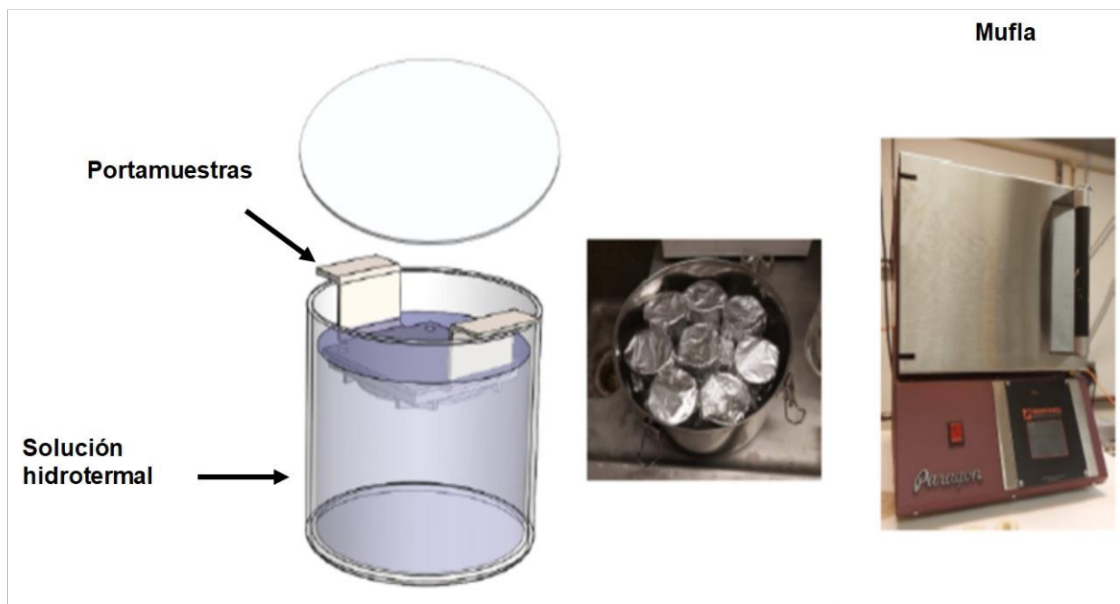
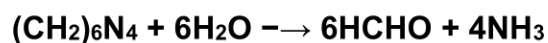


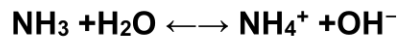
Figura 4 Método hidrotérmico.

Cuando se eligen hexametilentetramina ((CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>N<sub>4</sub> o HTMA) y Zn (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> como precursores, las reacciones químicas pueden resumirse en las siguientes ecuaciones:

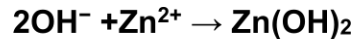
Reacción de descomposición:



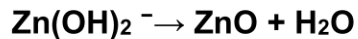
Reacción de suministro de hidroxilo:



Reacción de sobresaturación:



ZnO reacción de crecimiento de nanowires:



Se pueden utilizar diferentes técnicas como el sol-gel, recubrimientos por rotación, spray-pirólisis o por pulverización por radio frecuencia. Dicha película delgada promueve una nucleación para el crecimiento de los nanocables, empleando una solución alcalina y una sal de Zn  $2+$  en solución acuosa como solución precursora. El sustrato de ZnO depositado como semilla se mantiene en la solución precursora a un determinado tiempo y temperatura, una vez terminada esta etapa la capa resultante es lavada y secada adecuadamente [9].

Este método es relativamente sencillo y se puede desarrollar a un costo bajo, debido a que se pueden emplear temperaturas bajas y equipos sencillos [15]. La morfología, tamaño y formación de los nanocables de ZnO depende de la concentración del precursor, la alcalinidad de las soluciones, el tiempo y la temperatura a la que se desarrolle el proceso.

### **1.6.5 Método de PVD (Physical Vapor Deposition)**

La técnica de deposición física de vapor (PVD) [5], se ha empleado para la síntesis de nanocables de ZnO. Las ventajas de la técnica PVD son:

- La composición de los productos puede ser controlada.
- No existe contaminación ya que es amigable con el ambiente.
- Existe un proceso simple de toma de muestras.

En el proceso de PVD ocurre la evaporación térmica directa (Figura 5) y la oxidación del polvo de Zn a alta temperatura, después se deposita una película delgada sobre el sustrato para formar el producto final (Figura 6).

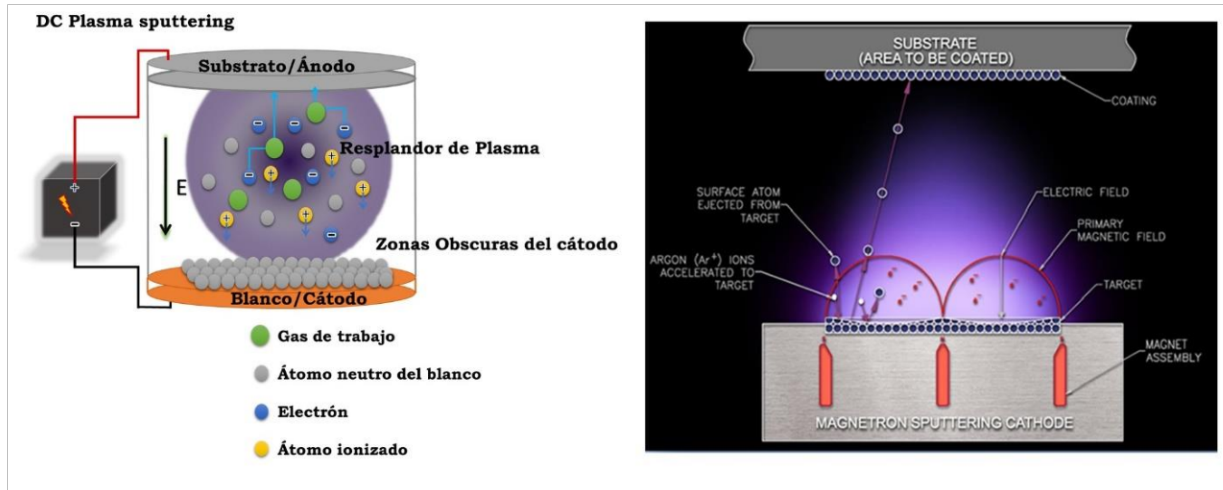


Figura 5 Deposición física de vapores.

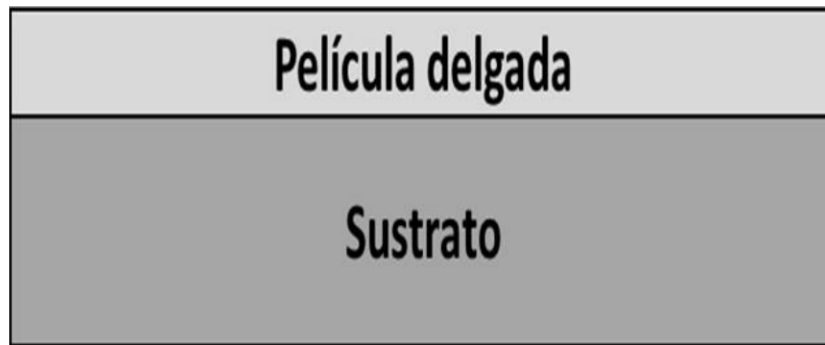


Figura 6 Sustrato y película formada.

El proceso por plasma se refiere a un conjunto de técnicas que emplean plasma para modificar la superficie de los materiales. Estas técnicas constituyen una de las opciones para reemplazar los procesos convencionales de recubrimientos y tratamientos superficiales, debido a que este tipo de recubrimientos no contaminan y son amigables con el medio ambiente.

Los plasmas de baja densidad tienen una baja energía térmica pero sus electrones libres poseen una alta energía cinética. Estas dos propiedades son fundamentales para el procesamiento de materiales; en primer lugar, por su baja energía térmica estos

plasmas no aumentan la temperatura significativamente en los materiales procesados y en algunos casos se pueden desarrollar a temperatura ambiente; en segundo lugar, la alta energía cinética de los electrones libres permite la activación de especies químicas reactivas en fases gaseosas por colisiones inelásticas. La reactividad química resultante produce distintos efectos como la formación de un compuesto químico superficial sobre un material inmerso en el plasma; también, ocurre la formación de especies activas que reaccionan con la superficie del material y eliminan selectivamente determinadas especies de la superficie, y la formación de especies activas que pueden difundir en el material y reaccionar químicamente dentro del mismo, formando nuevas fases que modifican las propiedades mecánicas y químicas de la superficie del material. Otro efecto asociado al plasma de baja densidad es la posibilidad de generar un bombardeo de iones positivos sobre el material procesado, controlando el potencial eléctrico de materiales con respecto al plasma.

Las microestructuras de los recubrimientos producidos por el proceso de depósito físico de vapores tienden a ser bastante buenas debido a que la tasa de amortiguación es muy rápida. La morfología del recubrimiento y la adherencia son variables que dependen de factores tales como la temperatura del sustrato, la presión del gas de trabajo y la energía de los átomos incidentes. Las películas son creadas por el proceso de nucleación y crecimiento, involucrando la absorción de los átomos incidentes en la superficie de la muestra. Los átomos son difundidos en la superficie del sustrato en sitios preferenciales, uniones o vacancias, creciendo a partir de núcleos o clústeres.

El proceso PVD es utilizado para la fabricación de películas delgadas [16] y de nanomateriales (por ejemplo, nanocables) [17]. Las ventajas obtenidas por este método, además de mejorar las propiedades del sustrato, puede aplicarse en diferentes tipos de materiales inorgánicos y algunos materiales orgánicos; es un proceso que no genera contaminantes como en otros procesos. Se pueden fabricar superficies lisas, a temperaturas bajas, obteniendo excelentes propiedades mecánicas, tribológicas y muy buena adherencia [18].



### **1.6.6 Método CVD**

En la actualidad, el término deposición química en fase de vapor cubre una amplia gama de procesos, los cuales son reactivos gaseosos que experimentan reacciones químicas cerca o sobre la superficie calentada que se va a recubrir. En general, hay tres pasos en cualquier reacción CVD [19]: en primer lugar, la producción de un compuesto portador volátil, en segundo lugar, el transporte de ese gas, sin descomposición, al sitio de deposición; en tercer lugar, la reacción química necesaria para producir el recubrimiento sobre el sustrato. Estos pasos pueden ser distintos tanto en el tiempo como en el espacio, o pueden ocurrir todos al mismo tiempo dentro de la misma cámara de reacción. Los requisitos de estos tres pasos imponen muchas limitaciones al proceso; sin embargo, CVD llena de manera útil un espacio donde el elemento o compuesto deseado no puede depositarse satisfactoriamente por otros medios con el espesor requerido.

### **1.7 Ángulo de Contacto o Medición de ángulo de contacto**

El ángulo de contacto es la medición a través del líquido, donde una interfase líquido - vapor se encuentra sobre una superficie sólida, cuantifica la capacidad de mojabilidad de la superficie sólida por un líquido de acuerdo con la ecuación de Young. Un sistema conformado de un sólido, líquido y vapor, a determinada temperatura y presión, tendrá un ángulo de contacto de equilibrio único.

Frecuentemente se observa un fenómeno dinámico de histéresis del ángulo de contacto, que va desde el ángulo de contacto de avance (máximo) hasta el ángulo de contacto de retroceso (mínimo).

El ángulo de contacto de equilibrio relaciona la fuerza relativa de la interacción molecular de líquido, sólido y vapor.

El ángulo de contacto es autónomo de la inclinación que tenga el sólido en la superficie del líquido. Este cambia con la tensión superficial, con la temperatura y pureza del líquido a emplear [20].



### 1.7.1 Ecuación de Young modificada

Thomas Young [21] publicó el primer estudio que relaciona el ángulo de contacto y la tensión superficial de la gota sésil en superficies planas en 1805. Después, Gibbs propuso la modificación de la ecuación de Young para dar una explicación de la dependencia volumétrica del ángulo de contacto; postuló la existencia de una tensión lineal, actuando en el límite de las tres fases explicando el exceso de energía en la confluencia de la interfase de las fases líquido-sólido-gas (Figura 7), expresada por la ecuación:

$$\cos(\theta) = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} + \frac{K}{\gamma_{LV} a}$$

Donde:

- K. Representa la tensión de la línea en N.
- $\gamma$  Representa el radio de la gota en m.

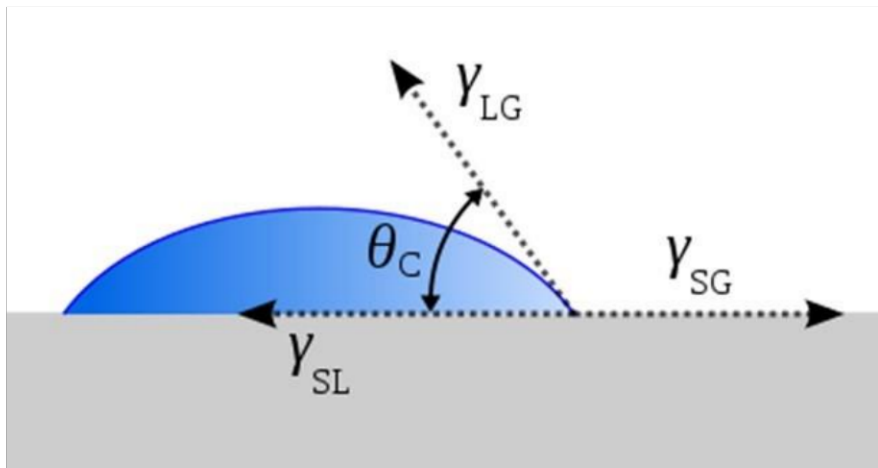


Figura 7 Representación de una gota de líquido que ejemplifica las cantidades en la ecuación de Young.

### 1.7.2 Efecto de la rugosidad en el ángulo de contacto.

La rugosidad de la superficie tiene gran impacto sobre el ángulo de contacto y la humectabilidad de una superficie. Depende de si las ranuras de la superficie son mojadas por la gota o si generara bolsas de aire entre la gota y la superficie [22].

Si la superficie es humedecida homogéneamente, la gota se encuentra en estado Wenzel. En el cual, al agregar rugosidad a la superficie se mejorará la humectabilidad provocada por la química de la superficie. La correlación de Wenzel se puede escribir como:

$$\text{Cos}(\theta_m) = r\text{Cos}\theta_Y$$

Donde:

- $\theta_m$ . Representa el ángulo de contacto medido.
- $\theta_Y$ . Representa el ángulo de contacto de Young.
- $r$ . Representa la relación de rugosidad.

La relación de rugosidad es definida como la relación existente entre el área de superficie sólida real y proyectada.

Si la superficie es humedecida heterogéneamente, la gota está en estado Cassie-Baxter. El ángulo de contacto más estable puede ser conectado al ángulo de contacto de Young. Los ángulos de contacto calculados partiendo de las ecuaciones de Wenzel y Cassie-Baxter se consideran buenas aproximaciones de los ángulos de contacto más estables con superficies reales [23].

### 1.7.3 Tipos de ángulos de contacto

#### Ángulos de contacto dinámicos

Es un líquido que se mueve rápidamente sobre la superficie, el ángulo de contacto puede alterar su valor en reposo. El ángulo de contacto de avance aumentará con la velocidad y el ángulo de contacto de retroceso disminuirá.

#### Ángulos de contacto típicos

Debido a que los ángulos de contacto son extremadamente sensibles a la contaminación, sus valores pueden ser reproducibles en más de unos grados, generalmente son obtenidos con líquidos purificados y superficies sólidas muy limpias.

Si una molécula de un líquido es fuertemente atraída por una molécula sólida, la gota del líquido se esparcirá completamente en la superficie del sólido, dando un ángulo

de contacto de  $0^\circ$ . Si el ángulo de contacto es menor a  $90^\circ$  se considera que la superficie del sólido es hidrofílica [24], y si es mayor de  $90^\circ$  se considera que es una superficie sólida hidrofóbica. Sin embargo, si se obtienen ángulos de contacto de  $120^\circ$ , las superficies son altamente hidrofóbicas; si se tiene un ángulo de contacto mayor a los  $150^\circ$ , son denominadas superficies super hidrofóbicas, ya que existen bolsas de aire debajo de la gota del líquido.

## Capítulo 2. Estado del arte.

En la tabla 3 se muestra el estado del arte acerca de formación de nanocables de ZnO, esta revisión permitió consultar los parámetros y resultados que obtuvieron algunos autores, para proponer las mejores condiciones para el desarrollo de esta experimentación.

Tabla 3 Estado del Arte de nanocables de ZnO.

Autores	Técnica	Resultados
<b>G. Jiménez-Cadena et al. [25]</b>	PVD Método hidrotermal	<p>Sintetizaron nanocables de ZnO a 173 °C por 20 minutos en un reactor cilíndrico de alúmina.</p> <p>Lograron crecer nanoestructuras ramificadas en los nanocables de ZnO empleando una suspensión saturada de acetato de zinc en etanol.</p>
<b>P. Khamkhoma et al. [26]</b>	Pulverización catódica Hidrotermal	<p>Generaron semillas de ZnO sobre obleas de Si para el desarrollo de nanocables.</p> <p>Sintetizaron nanocables de ZnO empleando una solución de nitrato de zinc hexahidratado y hexametilentetramina, por alrededor de 90 a 180 minutos a una temperatura de 90°C.</p>
<b>Fan Xie et al. [27]</b>	Hidrotermal	<p>Sintetizaron semillas de ZnO en una mezcla de etanol (200 ml) con 0.01 g de acetato de zinc hidratado y 40 ml de solución de 0.04g de NaOH a 651°C disuelto en etanol.</p>

		<p>Crecimiento nanocables de ZnO en las fibras de carbono, emplearon una solución de nitrato de zinc hexahidratado (0.025 M) y hexametilentetramina (0.025 M) en agua desionizada, durante 4 horas a 95°C en envase sellado.</p>
<p><b>Singh, A. et al. [28]</b></p>	<p>Sonoquímica</p>	<p>Generaron superficies hidrofóbicas recubiertas de nanocables de ZnO para aplicaciones biomédicas en sustratos de silicio, PDMS, vidrio y cuarzo.</p> <p>Estos compuestos son biocompatibles, no son tóxicos y con propiedades antibacterianas y altamente estables.</p>
<p><b>Xiaheny Wang et al. [29]</b></p>	<p>Hidrotermal</p>	<p>Sintetizaron nanovarillas y nanoesferas de ZnO sobre sustratos Ti y TiZr, empleando una solución de ZnCl<sub>2</sub> y ajustando el pH de 10-12 agregando NH<sub>3</sub>H<sub>2</sub>O.</p> <p>Obtuvieron estructuras estables; además su actividad microbiana fue efectiva contra <i>esteschierichia coli</i> y <i>staphylococcus aureus</i>.</p>
<p><b>Clotaire Chevalier-César, et al. [30]</b></p>	<p>Hidrotermal</p>	<p>Emplearon soluciones de ZnO 0.025M y metenamina, ajustando después el pH con una solución de HCl o NaHO. Obtuvieron nanocables de ZnO a una temperatura de 90°C en soluciones con pH de 7.</p>

		<p>Los tiempos de crecimiento variaron de 30 minutos a 6 horas.</p>
<p><b>Hyeon Jung a, et al. [31]</b></p>	<p>Sol-gel (semilla) Hidrotermal (nanocables)</p>	<p>Sintetizaron semillas de ZnO por sol-gel utilizando acetato de Zinc dihidratado a una concentración de 0.07M en metanol y mezclando monoetanolamina. El crecimiento de nanobarras de ZnO se realizó por el método hidrotermal, emplearon una solución de acetato de zinc (0.04M) y NaOH (0,8 M) con una relación de volumen de 1:20, a varias temperaturas (35–95 °C con un intervalo de 5 °C) durante 30 min.</p> <p>Obtuvieron nanobarras hexagonales con tamaño promedio de 350 nm de longitud y 50 nm de diámetro cuando el tiempo de crecimiento fue de 30 min, mientras que el diámetro aumentó a aproximadamente 100 y 200 nm cuando el tiempo se incrementó a 1 y 2 h, respectivamente.</p>
<p><b>Thomas Demes, et al. [32]</b></p>	<p>Sol-gel (semilla) Hidrotermal (nanocables)</p>	<p>Depositaron una película delgada de ZnO empleando el método sol-gel con una solución acetato de zinc dihidratado y monoetanolamina.</p> <p>Obtuvieron nanocables de ZnO mediante el método hidrotermal, empleando una inclinación de 45° de la muestra al sumergirla en la solución soluciones acuosas de ZNH y HMTA de concentración 2 mM.</p>

<p><b>Melo Máximo y Velásquez García [33]</b></p>	<p>Hidrotermal</p>	<p>Obtuvieron nanocables de ZnO del tipo wurtzita (hexagonales), sobre sustratos metálicos y polímero a 90°C empleando una solución 1:1 en volumen (0.025M) de nitrato de Zinc y hexametilentetramina (0.025 M) ambas en agua desionizada. Obtuvieron diámetros de 141 nm en promedio y separación entre ellos de 91 a 770 nm y un diámetro promedio de 173 nm y separación entre ellos de 164 nm crecidos sobre emisores de electrospray FTD-IB (polímero) impresos en 3D.</p>
---	--------------------	---

### Capítulo 3. Diseño experimental

En el presente trabajo se fabricaron películas delgadas de ZnO sobre un sustrato de acero 316L, dichas películas actuaron como semilla para fomentar el crecimiento de nanocables de óxido de zinc. Para el proceso de formación de película delgada se colocó una capa de adhesión de Zn y luego una capa de ZnO (Figura 8), sobre la cual se generaron nanocables de ZnO.

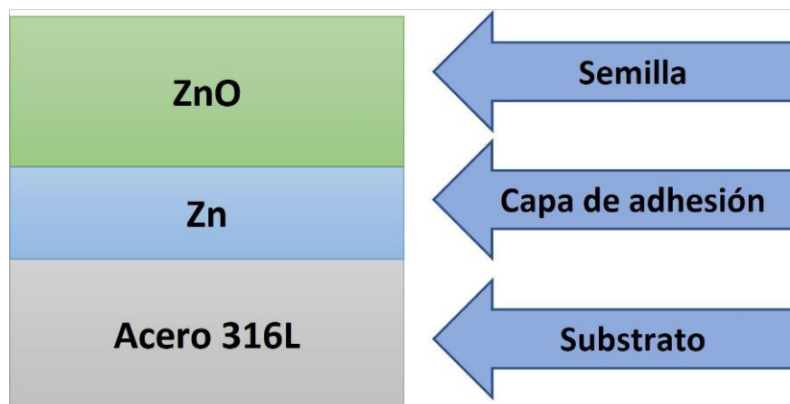


Figura 8 Estructura de la capa de Zn y ZnO sobre un sustrato de acero 316L.

En la figura 9 se presenta el diagrama de flujo del trabajo experimental, se empleó la técnica de *reactive magnetron sputtering* para el depósito de películas delgadas; para

la síntesis de nanocables de ZnO se empleó el método hidrotermal. Las muestras se caracterizaron mediante diversas técnicas.

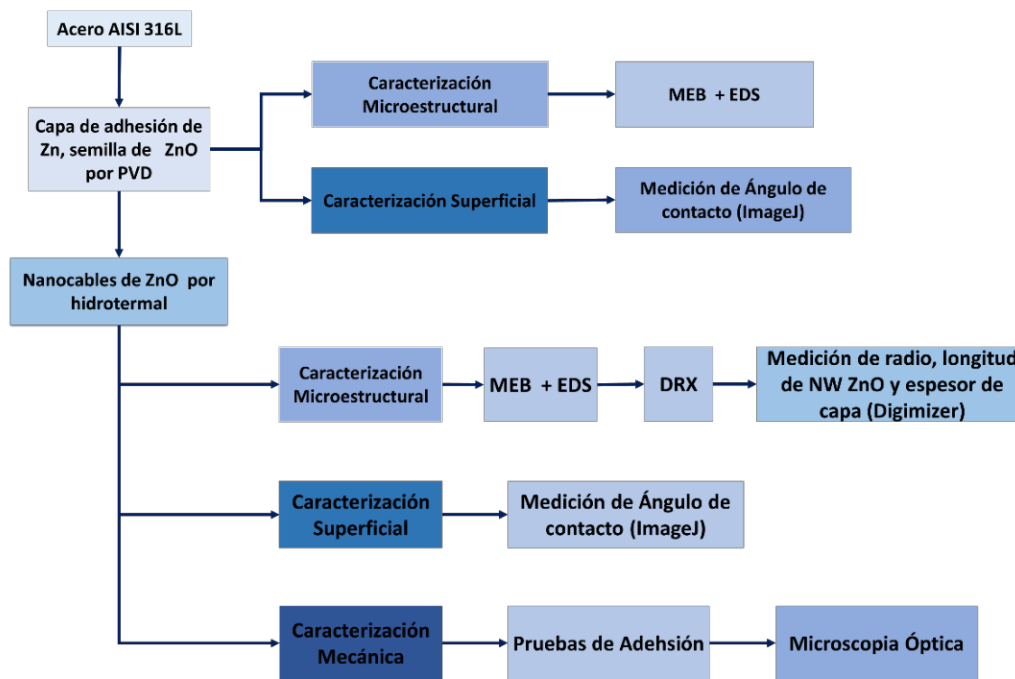


Figura 9 Desarrollo experimental.

### Fabricación de nanocables de ZnO por el método de PVD e hidrotérmico.

Se realizaron pruebas preliminares para obtener parámetros para la síntesis de semilla y nanocables de óxidos de zinc sobre sustratos de acero 316L como se muestra en los Anexos.

### Síntesis de la semilla de ZnO mediante PVD

Los sustratos empleados de acero 316L fueron preparados previamente mediante desbaste con papel abrasivo de carburo de silicio de diferentes grados (240 hasta 800). Posteriormente, se pulieron con pasta de diamante (de 6 micras) hasta obtener un acabado espejo. Antes de colocar las muestras dentro del reactor, las muestras fueron limpiadas con etanol y secadas con aire.

Los depósitos de las películas delgadas se llevaron a cabo por la técnica de reactive magnetron sputtering, usando el reactor mostrado en la figura 10. Se empleó un blanco de Zn de 2 in de diámetro, con una pureza de 99.999%. El proceso de depósito



se realizó en dos etapas: la primera consistió en colocar una capa de adhesión de Zn, en una atmosfera de gas argón; posteriormente, se introdujo un flujo de 5 centímetros cúbicos por minuto (*sccm*, por sus siglas en inglés) de oxígeno para obtener capas de ZnO.

El proceso de deposición inició generando vacío de la cámara del reactor, alcanzando una presión inicial de  $2.3 \times 10^{-3}$  torr. Posteriormente, se introdujo Ar a la cámara con un flujo de 20 *sccm* y la presión fue regulada a 2 Pa aproximadamente, una vez alcanzada esta presión, se aplicó una potencia de 30 W. Con estas condiciones se realizó la limpieza del blanco por alrededor de 2 minutos, pasado este lapso de limpieza, la muestra fue colocada sobre el blanco de Zn para ser recubierta y generar la capa de adhesión, durante un tiempo de 20 segundos en cada una de las muestras. Concluido el tiempo de la capa de adhesión, se introdujo oxígeno a la cámara para generar la capa de ZnO a 10, 20, 30 y 50 segundos.

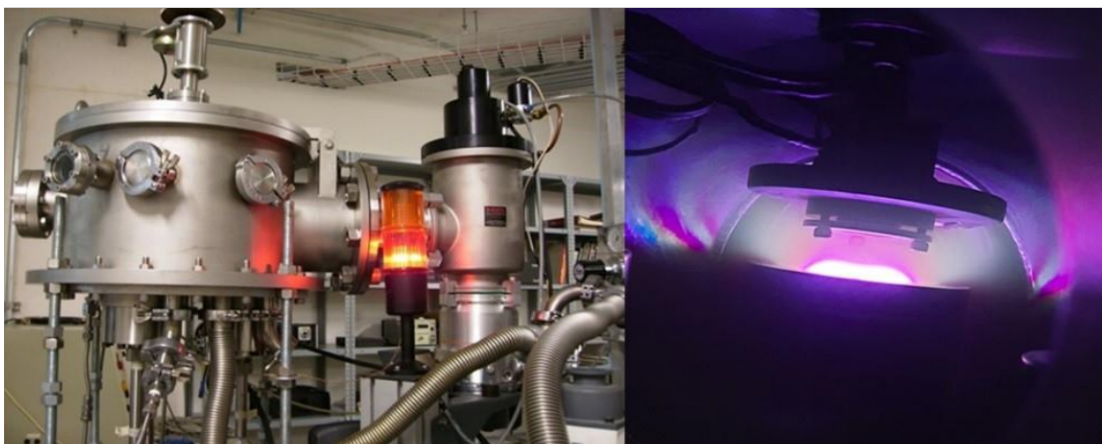


Figura 10 Reactor de Deposito Físico Fase Vapor (PVD) [34].

### **Método hidrotermal**

Para la síntesis de los nanocables de ZnO se prepararon soluciones de nitrato de zinc y hexametilentetramina como lo muestra la tabla 4, la figura 11 muestra la representación esquemática de la síntesis de los nanocables de ZnO sobre la semilla obtenida por PVD.

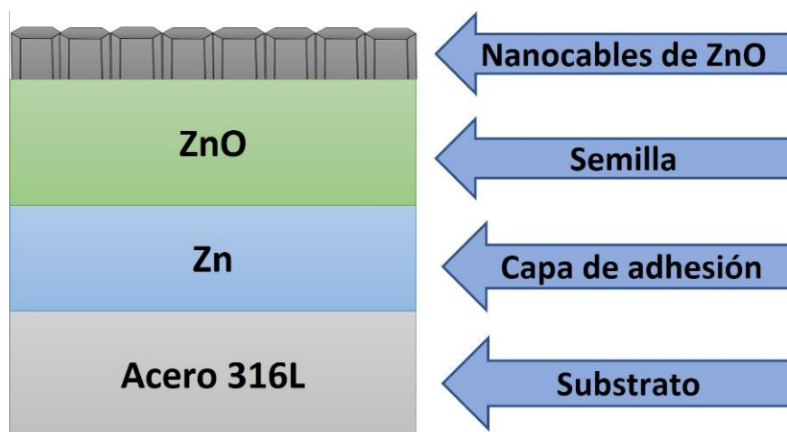


Figura 11 Estructura de la capa de Zn y ZnO sobre un sustrato de acero 316L.

Tabla 4 Concentraciones de los reactivos químicos a emplear.

Solución	Concentración	Volumen (1L)
Nitrato de zinc /Agua desionizada	0.025 M	7.437 g
Hexametilentetramina/Agua desionizada	0.025 M	3.505 g

En vasos de precipitado se colocaron 40 ml de la mezcla de las soluciones, en ella se sumergieron cada uno de los sustratos ya con la semilla de ZnO fabricada por PVD. Una vez que cada uno de los sustratos fue colocado suspendido en cada uno de los vasos, se sumergieron en la solución, luego fueron tapados con papel aluminio y colocados dentro de una mufla, la cual fue preparada previamente a 90 °C, temperatura a la cual se llevó a cabo el proceso hidrotérmico. Las muestras se mantuvieron durante 6, 4, 2 y 1 hora de proceso (figura 12). Al finalizar el tiempo de proceso de crecimiento de los nanocables de ZnO, las muestras se enjuagaron con agua destilada y se dejaron secar, para posteriormente realizar la caracterización.

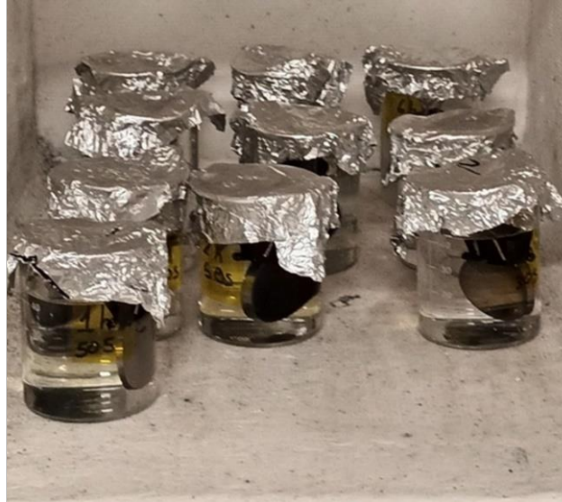


Figura 12 Muestras para proceso de Método Hidrotérmico.

### **Caracterización de las muestras recubiertas (MEB+EDS, Ángulo de contacto, pruebas de adhesión y microscopia óptica)**

Finalizado el proceso hidrotérmico se realizó la caracterización microestructural de las muestras utilizando un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB por sus siglas en inglés) + Espectroscopía por Dispersión de Energía (EDS por sus siglas en inglés), modelo JOEL JSM-6360LV (figura 13), para corroborar mediante un mapeo por elementos que la semilla obtenida en el proceso de PVD sea ZnO, y los nanocables formados sobre el sustrato de acero 316L sean de ZnO.



Figura 13 Microscopio Electrónico de Barrido JOEL JSM-6360LV.

Como aporte este trabajo se elaboró un prototipo de bajo costo para realizar la medición de ángulo de contacto; el cual consiste en una base que cuenta con movimiento en los ejes X, Y y Z (Figura 14 inciso a)), en la parte trasera de la base se colocó un lampara de luz blanca graduable para iluminar la superficie de la muestra que contenga la gota de agua (Figura 14 inciso b)) y un soporte (Figura 14 inciso c)), en la parte frontal para poder sujetar un smartphone al cual se le coloco un lente extra para mejorar la resolución al realizar la toma de la fotografía (Figura 14 inciso d)) todos estos aditamentos colocados sobre una base (figura 14 inciso e)).

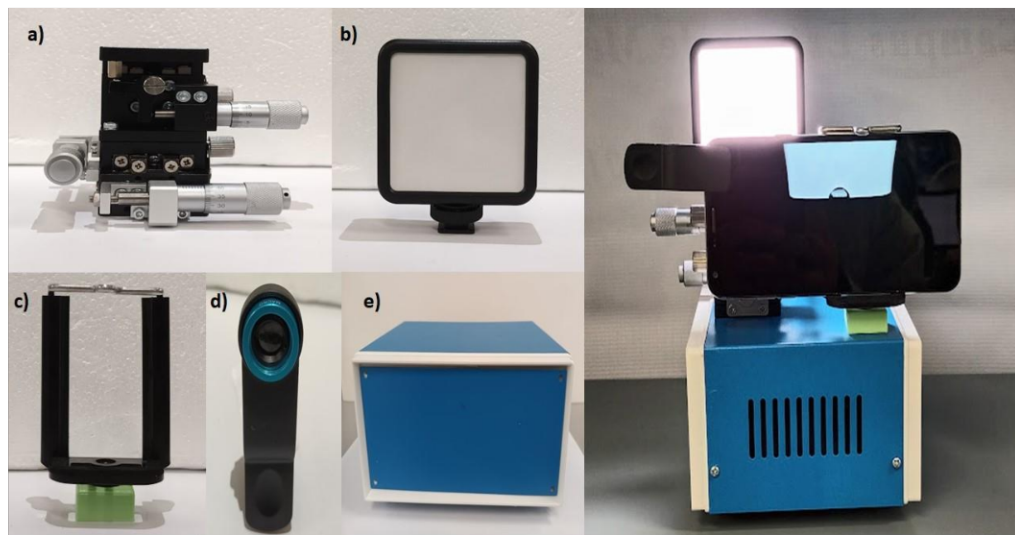


Figura 14 Equipo armado para la medición de ángulo de contacto.

Las imágenes obtenidas se analizan con la ayuda del software de uso libre **ImageJ** [35] (Figura 15) obteniendo el ángulo de contacto de cada una.

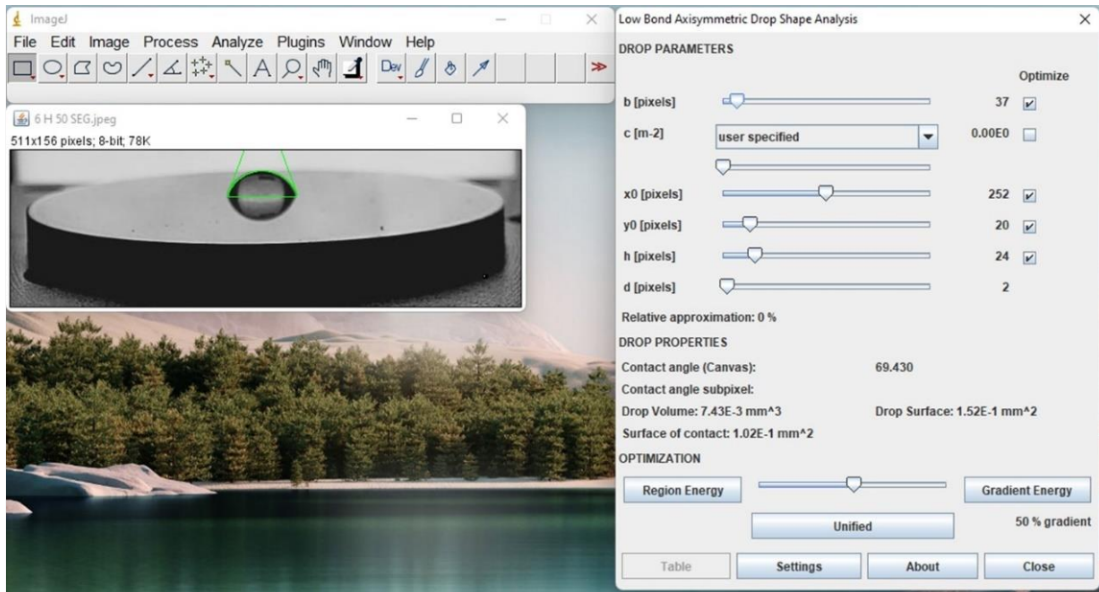


Figura 15 Software ImageJ empleado para la medición de ángulo de contacto.

Para evaluar la adherencia de los recubrimientos de ZnO se empleó un durómetro Rockwell C marca Louis Small modelo 8 SSA (Figura 16), con la finalidad de observar el comportamiento de los nanocables aplicando una carga de 150 N; las indentaciones se analizaron empleando un Microscopio óptico Marca Olympus modelo PMG3 (Figura 17) para analizar el daño provocado por el ensayo de adhesión.



Figura 16 Durómetro Rockwell C Louis Small.





Figura 17 Microscopio Óptico OLIYMPUS.

## Capítulo 4. Análisis y discusión de resultados

En la tabla 5 se muestran los tiempos de deposición de semilla de ZnO por PVD y de método hidrotérmal de crecimiento de nanocables de ZnO en las 12 muestras de acero 316L que fueron tratadas y caracterizadas durante este trabajo de experimentación.

Tabla 5 Tiempos de proceso de los sustratos de acero 316L mediante el proceso de PVD e hidrotérmal.

Muestra	Semilla de ZnO	Nanocables de ZnO
	Tiempo PVD (s.)	Tiempo Hidrotérmal (h.)
M1	50	1
M2	30	
M3	10	
M4	50	2
M5	30	
M6	10	
M7	50	4
M8	30	
M9	10	
M10	50	6
M11	30	
M12	10	

#### 4.1 Deposito de semilla de ZnO por el método de PV.

En la Figura 18 se observa que el recubrimiento es homogéneo en toda la superficie de la muestra, en el análisis de dispersión de energía se observan los picos característicos de la aleación del sustrato (AISI 316L), así como la presencia del ZnO sobre la superficie. El mapeo por elementos presenta las concentraciones de oxígeno y zinc, así como también los elementos de la aleación, como es mostrado en la figura 19. Las concentraciones de los elementos presentes en la superficie de la muestra son mostradas en la tabla 6, en la cual podemos observar que en la muestra cuenta con un porcentaje en peso de 14.31 % peso de O y 86.69% peso de Zinc.

Tabla 6 Concentración en % peso de Zn y O presentes en la semilla depositada por PVD.

<b>Semilla ZnO (PVD)</b>	
<b>Elemento</b>	<b>% Peso</b>
<b>Zn</b>	<b>85.69</b>
<b>O</b>	<b>14.31</b>
<b>Total</b>	<b>100.00</b>



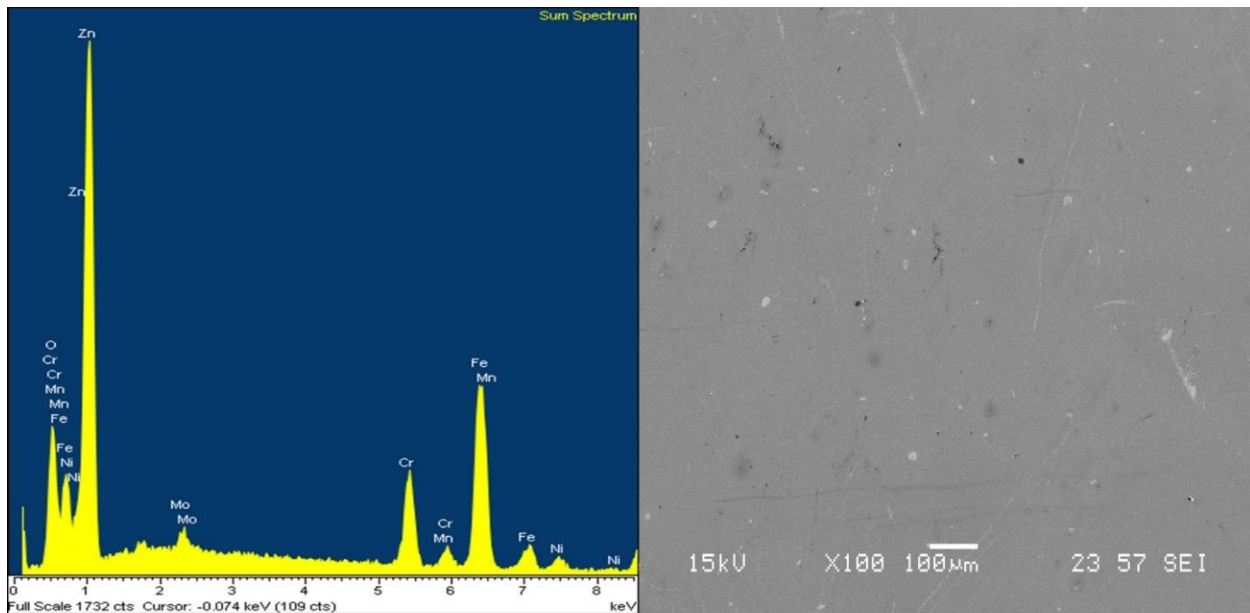


Figura 18 Análisis de dispersión de energía de la semilla de ZnO sobre un acero 316L.

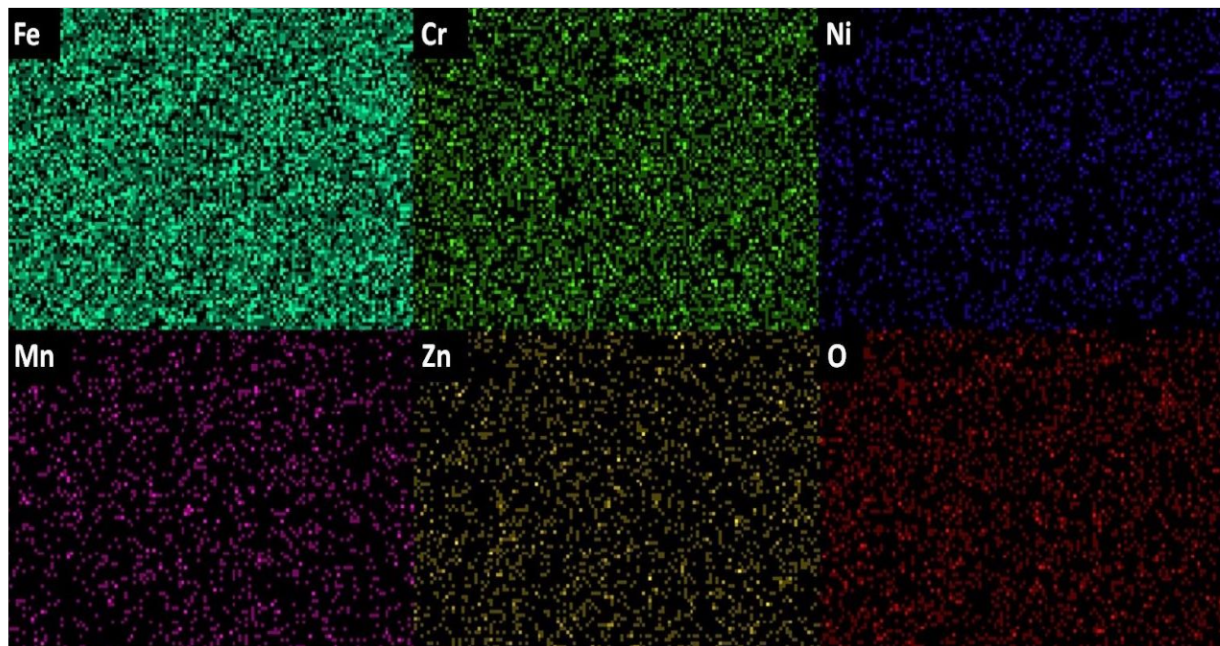


Figura 19 Mapeo por elementos de la semilla de ZnO sobre un acero 316L.

#### 4.2 Caracterización de los nanocables por Microscopia Electrónica de Barrido.

Finalizado el crecimiento de los nanocables de ZnO, las muestras se sometieron a diferentes tiempos (6, 4, 2 y 1 hora) de síntesis. En la figura 20 se muestran los análisis de dispersión de energía de las muestras sometidas a método hidrotermal por 1 hora de

proceso a 90 °C, con tiempos de deposición de semilla de 10, 30 y 50 segundos en PVD, en los cuales se puede observar la presencia de ZnO en la superficie del sustrato. La mayor concentración de ZnO la presenta la muestra M2, la cual tuvo 70.03 % peso de Zn y 29.97 % peso de O (tabla 7). Sin embargo, la mayor concentración de O se obtuvo en la muestra M3, como se puede observar en la figura 21, la cual muestra el mapeo por elementos de las tres muestras procesadas por una hora de método hidrotermal.

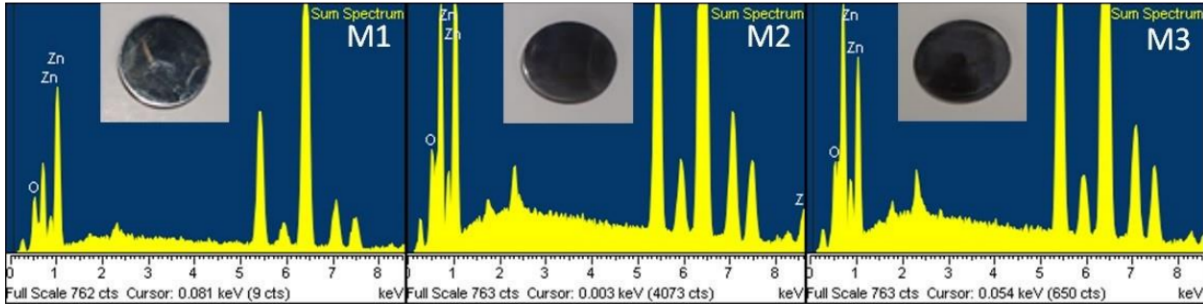


Figura 20 Análisis de dispersión de energía del método hidrotermal a 1 hora.

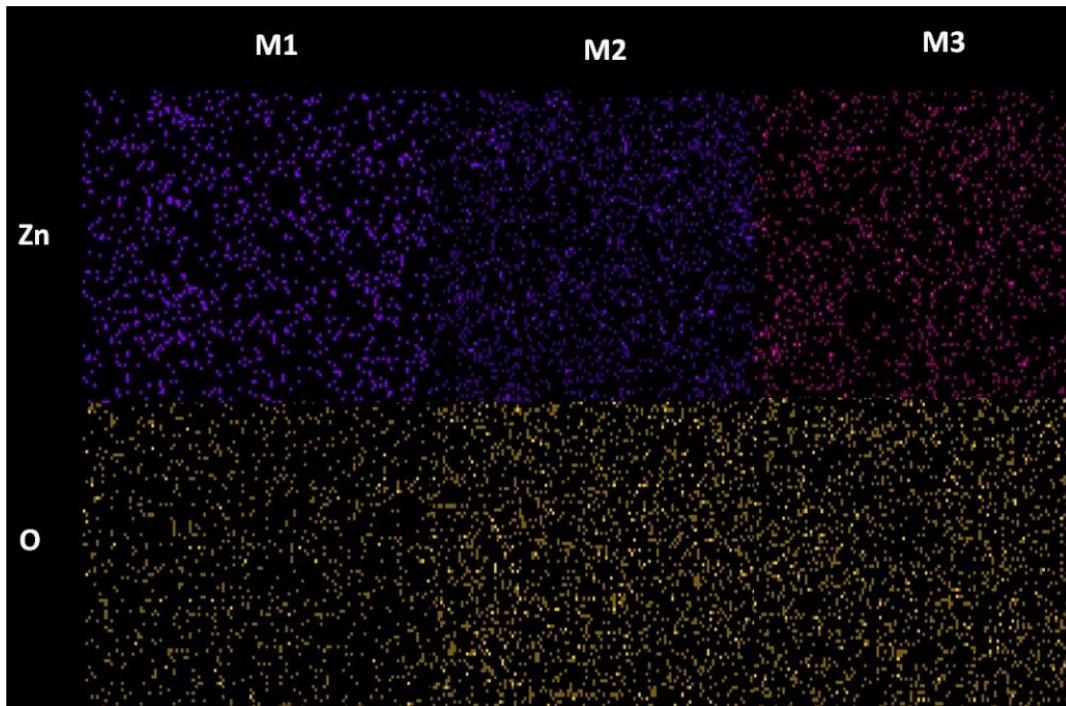


Figura 21 Mapeo por elemento de los nanocables generados a 1 hora de proceso hidrotermal.

Tabla 7 Concentración en % peso de Zn y O de los nanocables sintetizados por 1 hora por el método hidrotermal.

<b>ELEMENTO</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>
	<b>% Peso</b>	<b>% Peso</b>	<b>% Peso</b>
<b>Zn</b>	<b>68.53</b>	<b>70.03</b>	<b>64.62</b>
<b>O</b>	<b>31.47</b>	<b>29.97</b>	<b>35.38</b>
<b>Total</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>

Por otro lado, las muestras M4, M5 y M6 fueron sometidas a proceso hidrotermal durante 2 horas, y la mayor concentración de Zn se obtuvo en M4, con un 78.51% en peso de Zn, mientras que la mayor concentración de O se obtuvo en la muestra M6, de acuerdo con la tabla 8. El análisis de dispersión de energía indica que la muestra M4 presenta la mayor concentración de Zn, ya que el pico de dicho elemento se observa más grande en comparación con los de las muestras M5 y M6, como se puede ver en la figura 22. En el mapeo por elementos de la Figura 23, se puede ver que la concentración más alta de oxígeno se presenta en la muestra M6.

Tabla 8 Concentración en % peso de Zn y O de los nanocables sintetizados por 2 horas por el método hidrotermal.

<b>ELEMENTO</b>	<b>M4</b>	<b>M5</b>	<b>M6</b>
	<b>% Peso</b>	<b>% Peso</b>	<b>% Peso</b>
<b>Zn</b>	<b>78.51</b>	<b>69.53</b>	<b>68.89</b>
<b>O</b>	<b>21.49</b>	<b>30.47</b>	<b>31.11</b>
<b>Total</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>



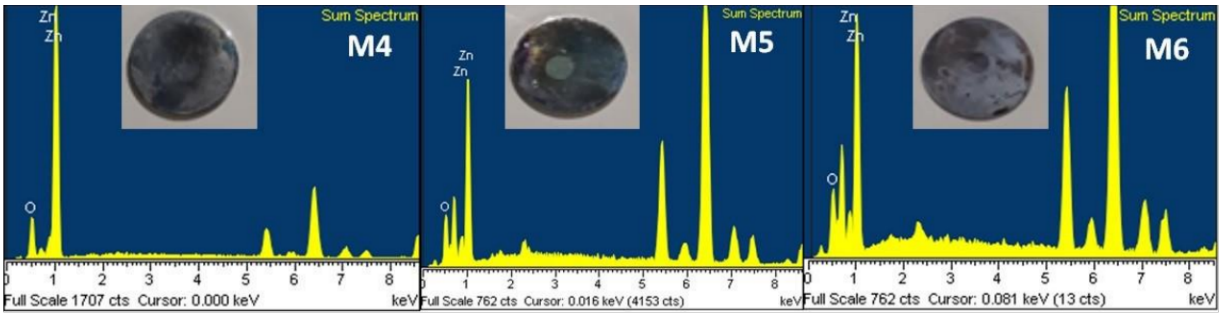


Figura 22 Análisis de dispersión de energía del método hidrotermal a 2 horas.

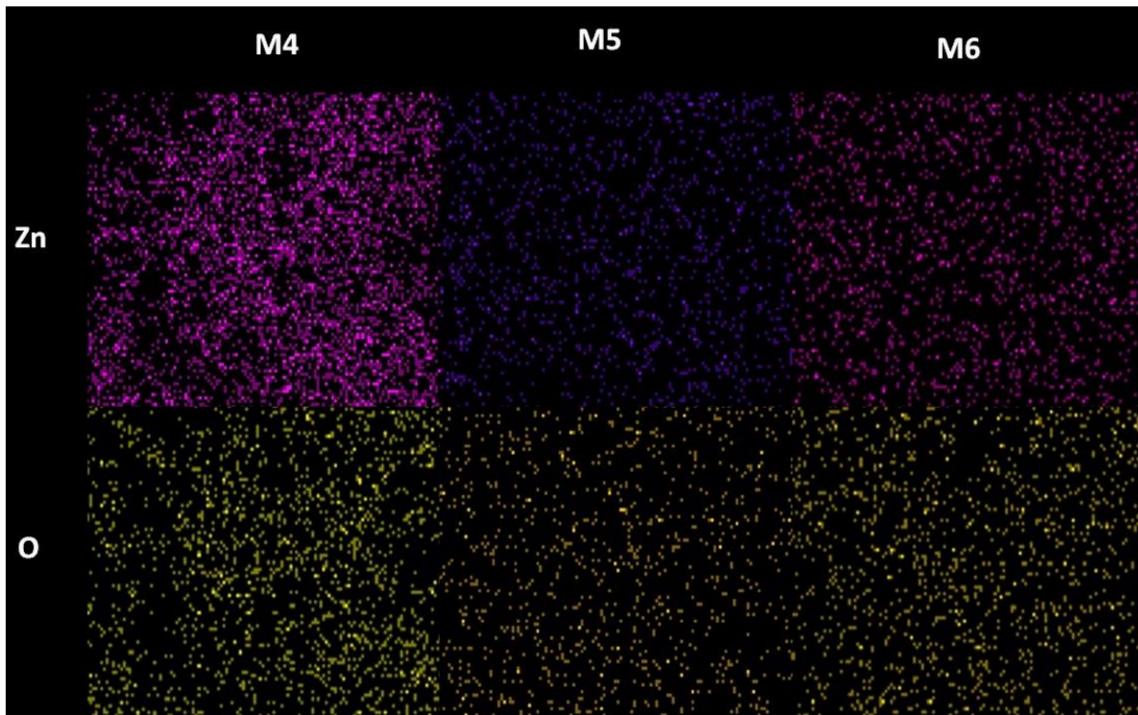


Figura 23 Mapeo por elemento de los nanocables generados a 2 horas de proceso hidrotermal.

En las muestras sometidas a 4 horas de proceso hidrotermal (M7, M8 y M9), en el análisis de dispersión de energía se puede observar que en las muestras los picos de Zn y O son muy similares, como se presenta en la figura 24. El mapeo por elementos (figura 25) muestra que las concentraciones de Zn y O son muy similares, ya que las tres muestras presentan un porcentaje en peso superior a 75% de Zn, y un porcentaje en peso de O de entre 20 y 25 %, como se puede observar en la tabla 9.

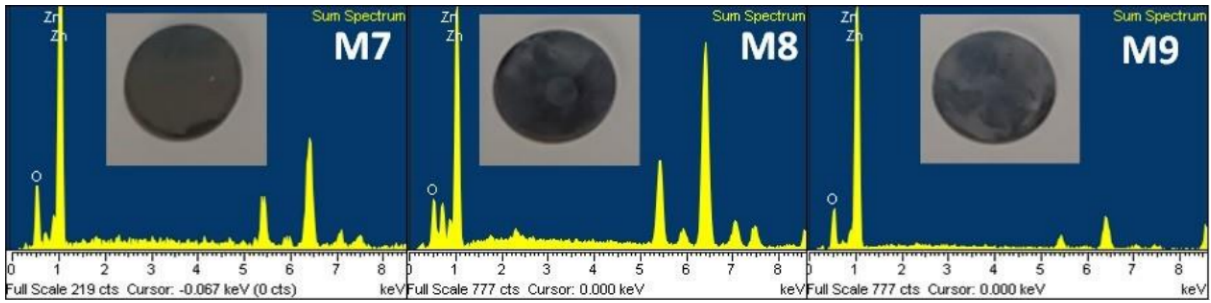


Figura 24 Análisis de dispersión de energía del método hidrotermal a 4 horas.

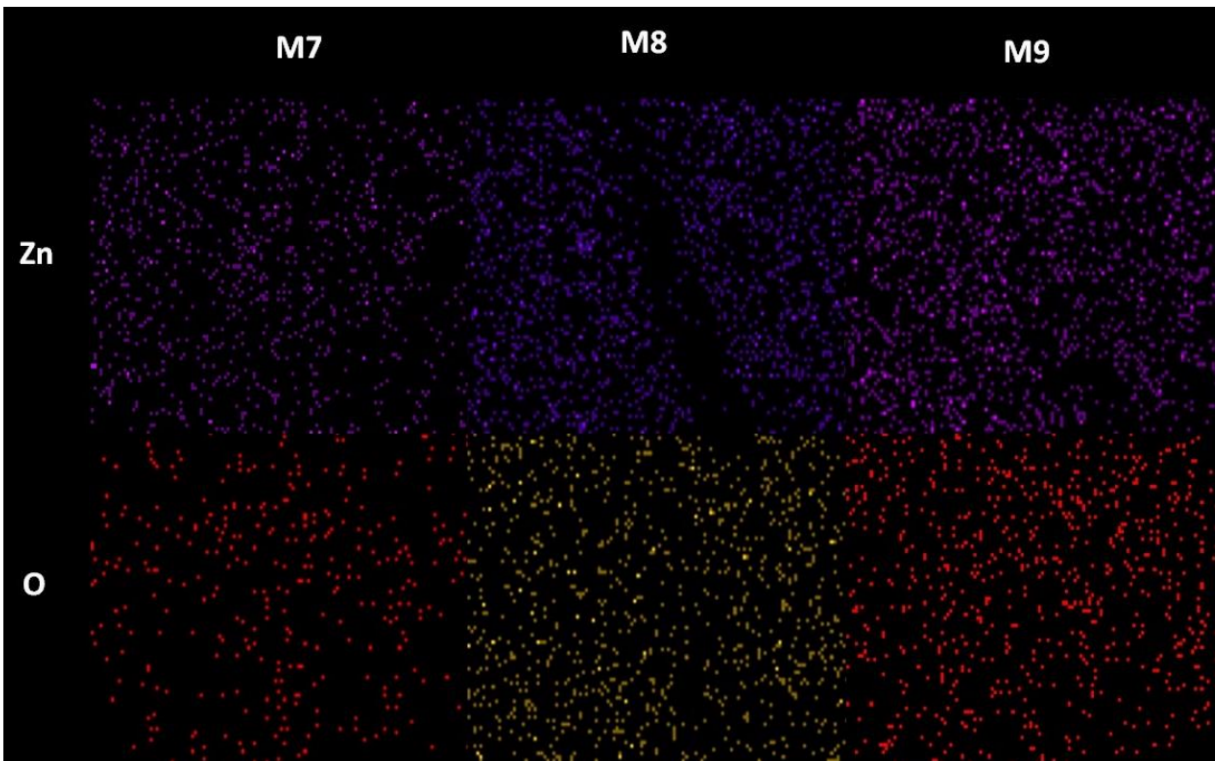


Figura 25 Mapeo por elemento de los nanocables generados a 4 horas de proceso hidrotermal.

Tabla 9 Concentración en % peso de Zn y O de los nanocables sintetizados por 4 horas por el método hidrotermal.

ELEMENTO	M7	M8	M9
	% Peso	% Peso	% Peso
Zn	79.87	74.03	78.20
O	20.13	25.97	21.80
Total	100	100	100

El análisis de dispersión de energía de las muestras procesadas a 6 horas de proceso hidrotermal (M10, M11 y M12) se muestra en la figura 26, los picos mostrados presentan grandes diferencias en cuanto a sus alturas; el mapeo por elementos (figura 27) muestra que la mayor concentración de Zn se registró en M11 con un 80.89% peso, y la muestra que obtuvo la mayor concentración de O fue M12, con un 26.67 % peso como se muestra en la tabla 10.

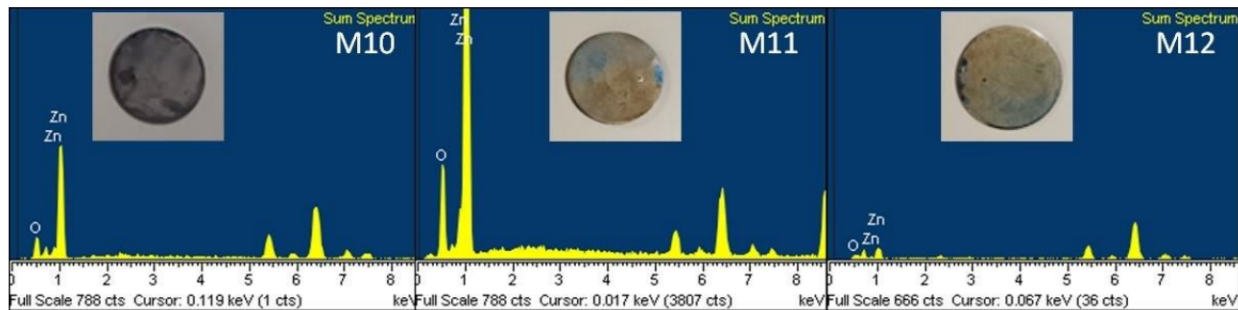


Figura 26 Análisis de dispersión de energía del método hidrotermal a 6 horas.



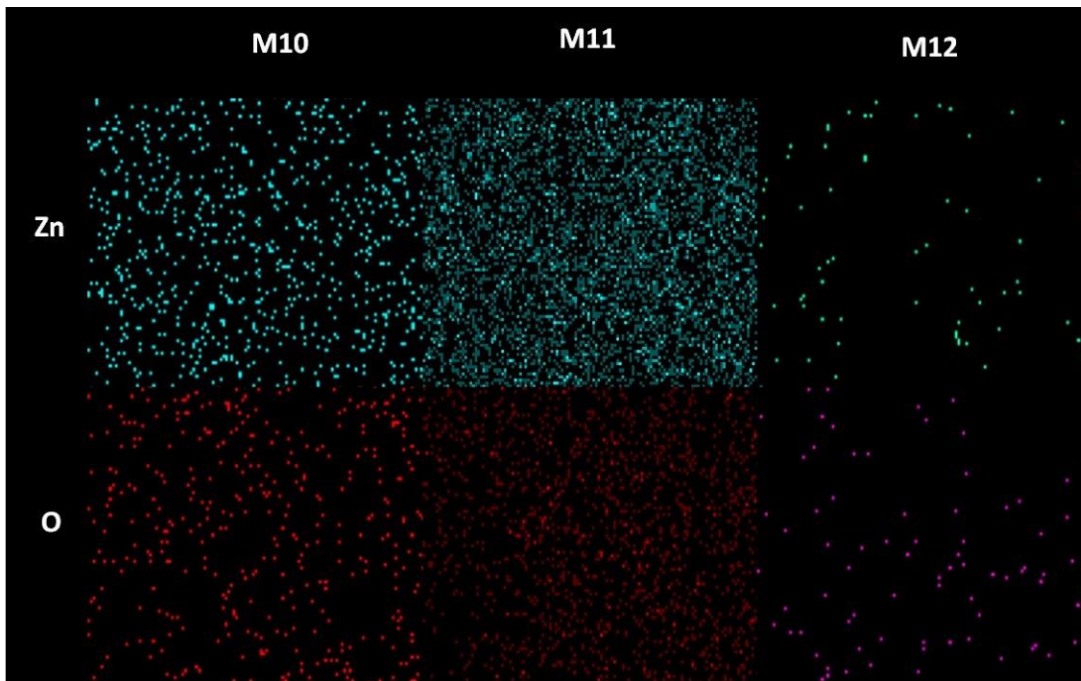


Figura 27 Mapeo por elemento de los nanocables generados a 6 horas de proceso hidrotérmal.

Tabla 10 Concentración en % peso de Zn y O de los nanocables sintetizados por el método hidrotérmal.

ELEMENTO	M10	M11	M12
	% Peso	% Peso	% Peso
Zn	75.56	80.89	73.33
O	24.44	19.11	26.67
Total	100	100	100

La figura 28 muestra el ensayo de difracción de rayos X por la técnica de haz rasante de la muestra M7, en la cual se observan los picos característicos del acero AISI 316L obteniendo las fases  $\gamma$ -Fe, en los planos (111), (200) y (220), también se observa la presencia del óxido de zinc en los planos (100), (101) y  $34.4^\circ(002)$ , siendo este último

la fase que corresponde a los nanocables de ZnO con una estructura cristalina hexagonal (wurtzita), fase que es la más estable y la cual se pretendía obtener en este trabajo de investigación.

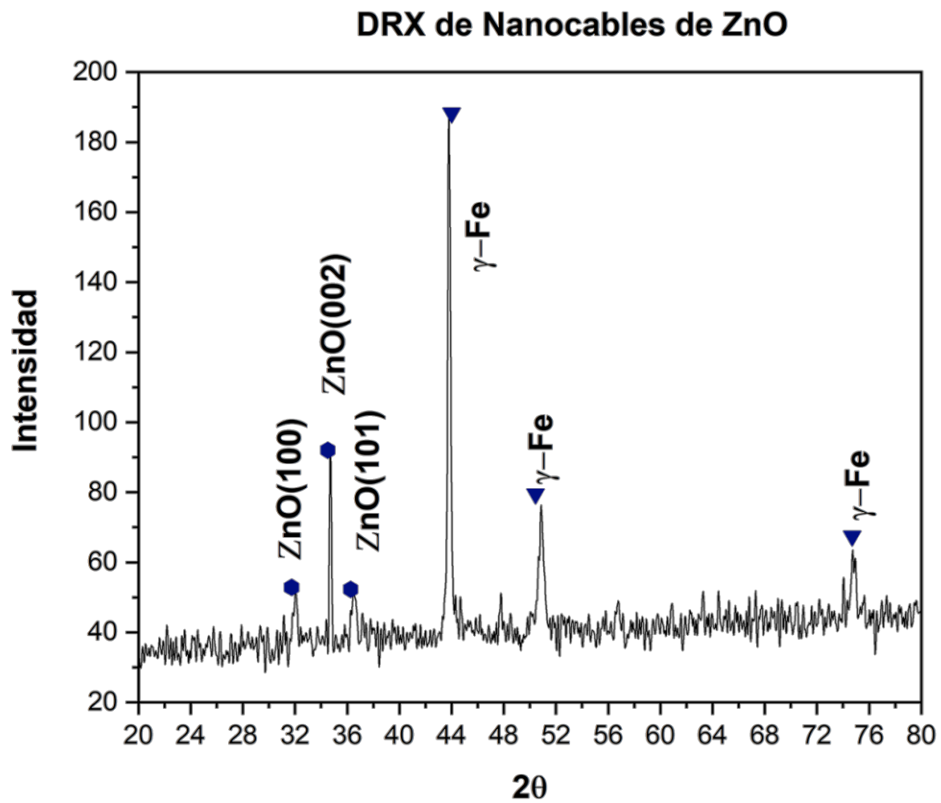


Figura 28 Difracción de rayos x de la muestra M7.

Los nanocables de ZnO de la muestra M1, sometida a 1 hora de proceso hidrotérmal, se observan aglomerados en la superficie del sustrato de acero 316L, como se presenta en la figura 29 incisos a) y b). El crecimiento de los nanocables se asemeja a pequeñas agujas en todas direcciones de la muestra. En los detalles de los incisos c) y d), se observan zonas que parecieran no estar recubiertas con los nanocables.



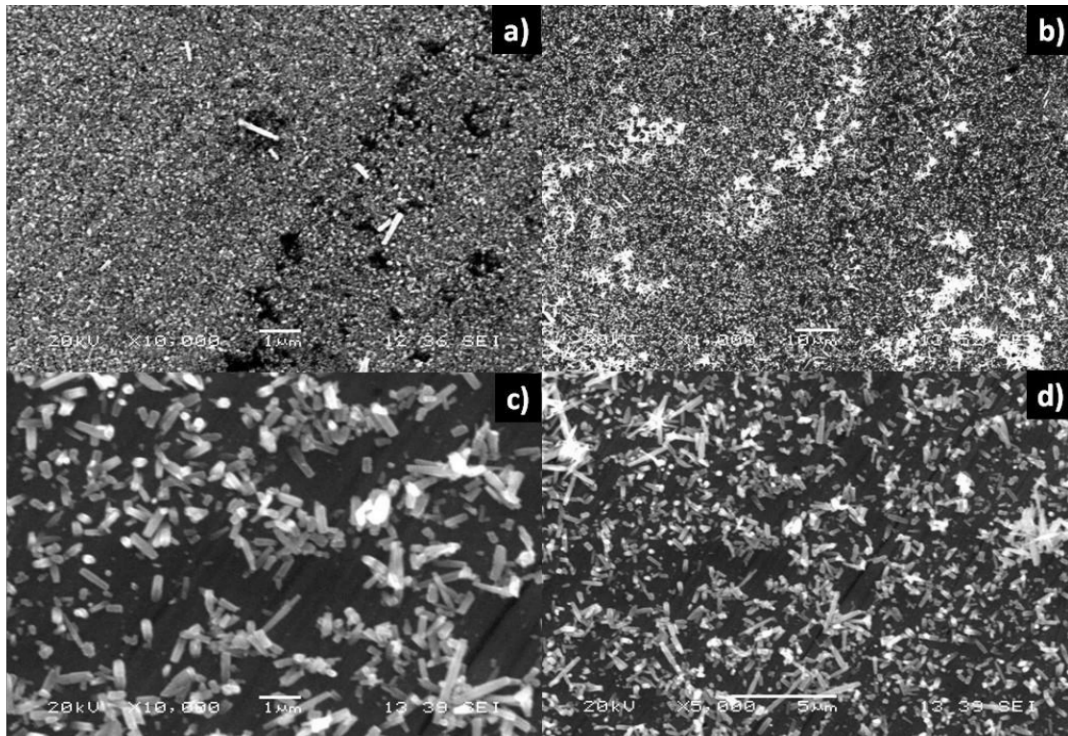


Figura 29 Superficie de la muestra M1 recubierta con nanocables de ZnO.

La figura 30 muestra las imágenes tomadas de la superficie de la muestra M2 recubierta con nanocables de ZnO. Los incisos a) y b) muestran el crecimiento de los nanocables de manera uniforme y en todas direcciones, no se observa una orientación hacia un solo lado. En la figura del inciso c) se observa que los nanocables crecieron en forma de césped, sin embargo, no se puede notar la forma de éstos debido a su tamaño muy pequeño, se requeriría un equipo con mayor resolución para evaluar la forma del crecimiento de los nanocables de ZnO. Se pueden observar zonas en las que pareciera no haber nanocables, pero al aumentar la magnificación a esas zonas, se observa que los nanocables presentan menor tamaño, como se observa en la figura del inciso d).

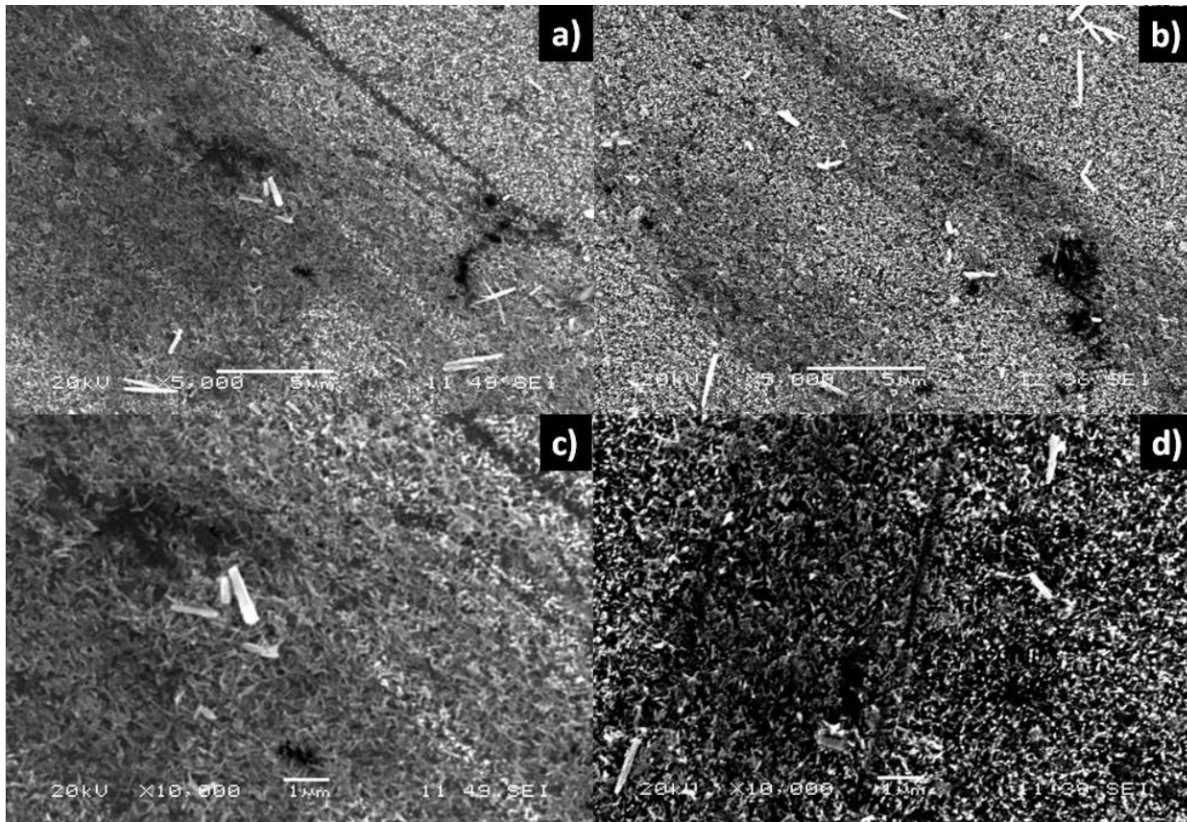


Figura 30 Superficie de la muestra M2 recubierta con nanocables de ZnO.

La superficie caracterizada por MEB de la muestra M3 se muestra en la figura 30, se puede observar un crecimiento de nanocables de ZnO de manera uniforme como se muestra en la figura 31 del inciso a), se nota que existen zonas en las que los nanocables son aún más pequeños, como se puede ver en la figura del inciso b). La figura 30 c) muestra que, posiblemente, los nanocables crecieron de manera granular. Asimismo, en 30 d) se observa que existen zonas en las cuales pareciera existir una delaminación en la superficie de la muestra recubierta, el aspecto de la superficie asemeja a hojuelas que se encuentra colocadas en esa zona de la muestra, delimitadas por pequeñas fisuras, aunque también es posible que existan nanocables muy pequeños en los huecos de esas fisuras.

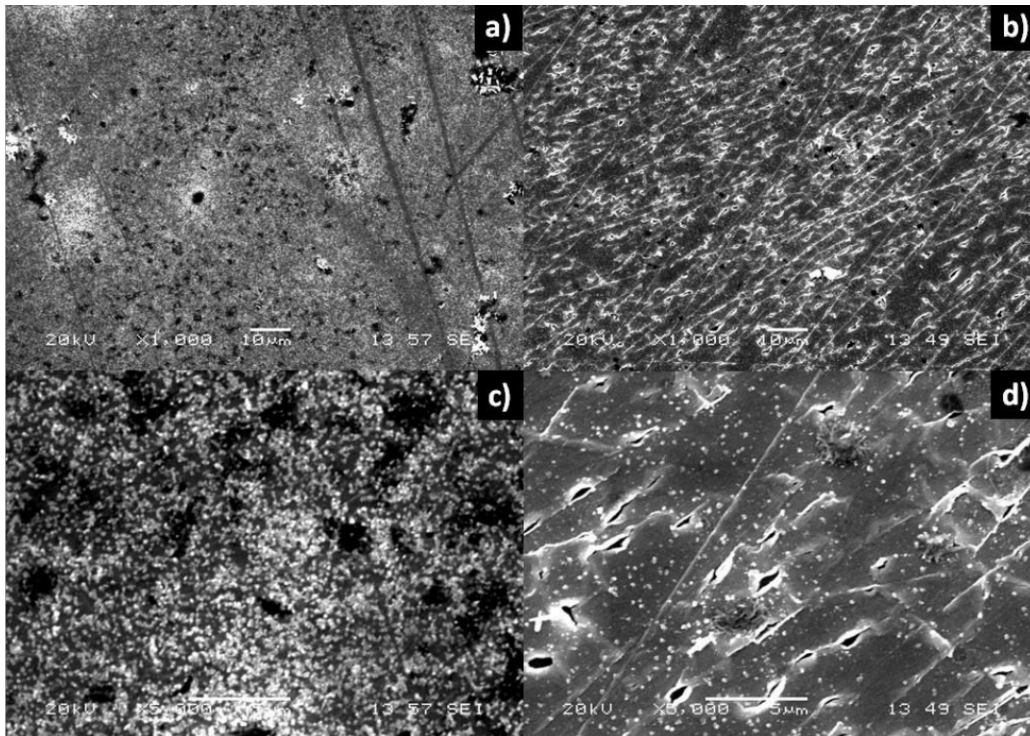


Figura 31 Superficie de la muestra M3 recubierta con nanocables de ZnO.

Las imágenes obtenidas de la muestra M4 se muestran en la figura 32, en la cual se presentan diferentes zonas de la muestra en las cuales se observa que el crecimiento de los nanocables es en todas direcciones, como se muestra en la figura del inciso a). En las figuras de los incisos b), c) y d) se nota que el crecimiento de los nanocables, además de ser en todas direcciones, también es notorio que parten de un mismo punto, creciendo como racimo, además, se aprecia que en los pequeños huecos existe la presencia de nanocables de ZnO en menor tamaño. En particular, en la imagen del inciso c) se puede observar ligeramente que la forma de crecimiento de los nanocables es de manera hexagonal, son alargados y de diferentes espesores sobre toda la superficie de la zona analizada.

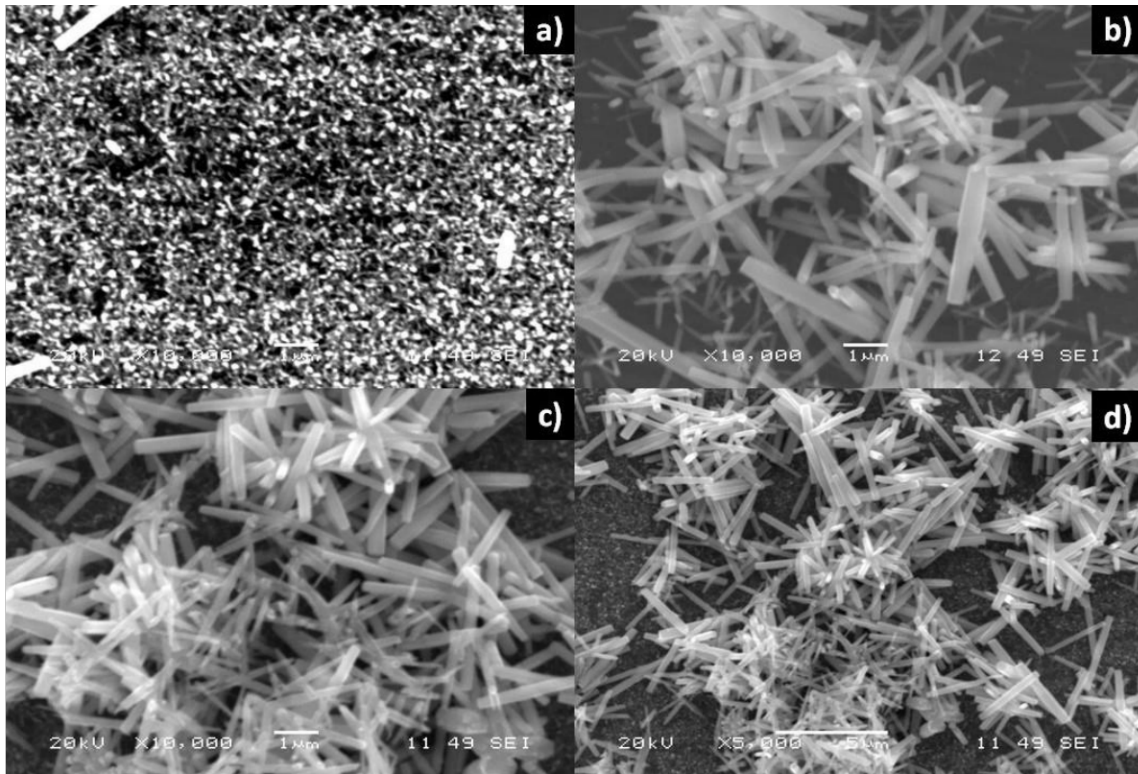


Figura 32 Superficie de la muestra M4 recubierta con nanocables de ZnO.

Las imágenes de la muestra M5 obtenidas en MEB presenta un crecimiento de nanocables de ZnO homogéneo y dirigidos en todas direcciones de la superficie de la muestra recubierta, como se muestra en la figura 33 inciso a). Se puede observar que en la superficie de la muestra existe un diferente crecimiento de nanocables, hay de mayor y menor tamaño, en las zonas sombrías de la muestra se observan nanocables, como se muestra en la imagen del inciso b); pareciera ser que el crecimiento se generó de forma aglomerada, generando pequeñas esferas de nanocables como lo muestran los incisos c) y d) de la figura.

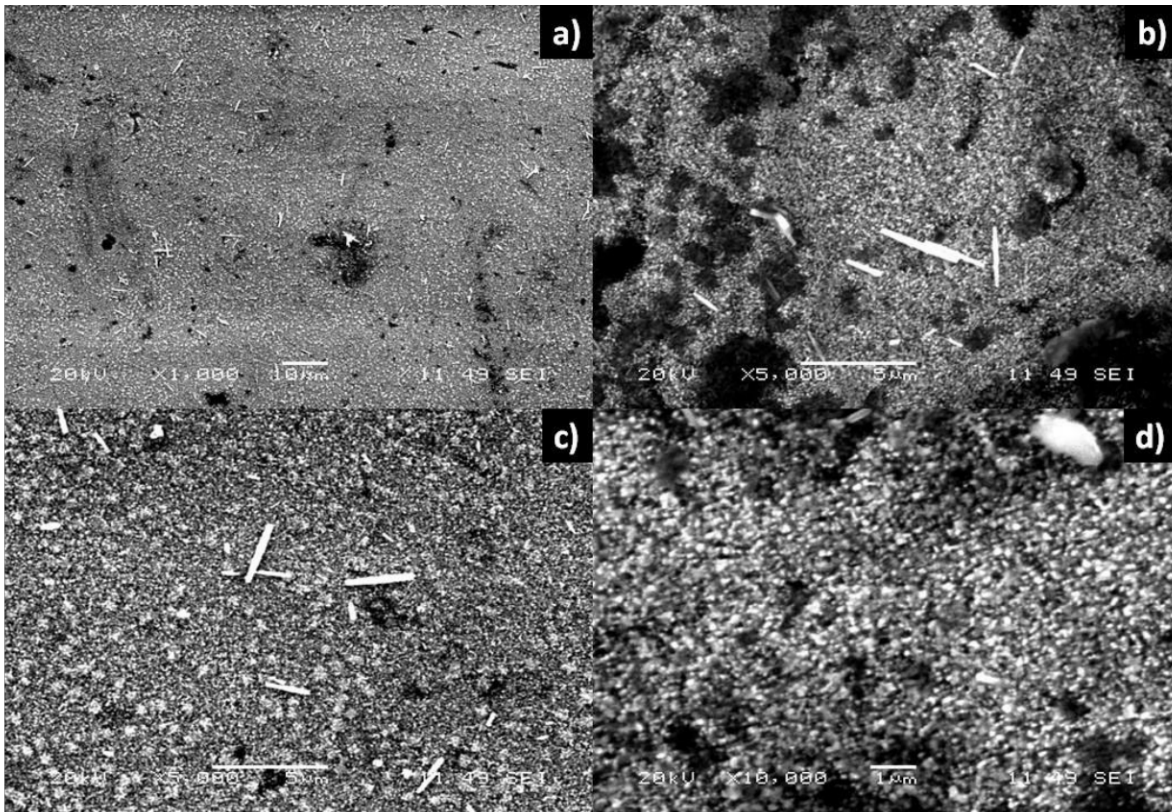


Figura 33 Superficie de la muestra M5 recubierta con nanocables de ZnO.

La figura 34 presenta las imágenes obtenidas por MEB de la muestra M6, en la cual se muestra que los nanocables de ZnO también crecen de manera uniforme, en algunas zonas hay nanocables crecidos en pequeños racimos esféricos como lo muestran las imágenes de los incisos a) y b). También, se observa que existen zonas en las cuales los nanocables crecieron como pequeñas hojuelas que parecieran estar desprendidas del sustrato, como se ilustra en la imagen del inciso c). Al realizar un acercamiento a esa zona de la muestra se puede ver que los nanocables se encuentran crecidos capa sobre capa, dando una apariencia de césped en forma de pequeñas agujas de tamaños muy pequeños, en las zonas oscuras se alcanza a notar que existen nanocables aún más pequeños en la superficie como se muestra en la figura inciso d).



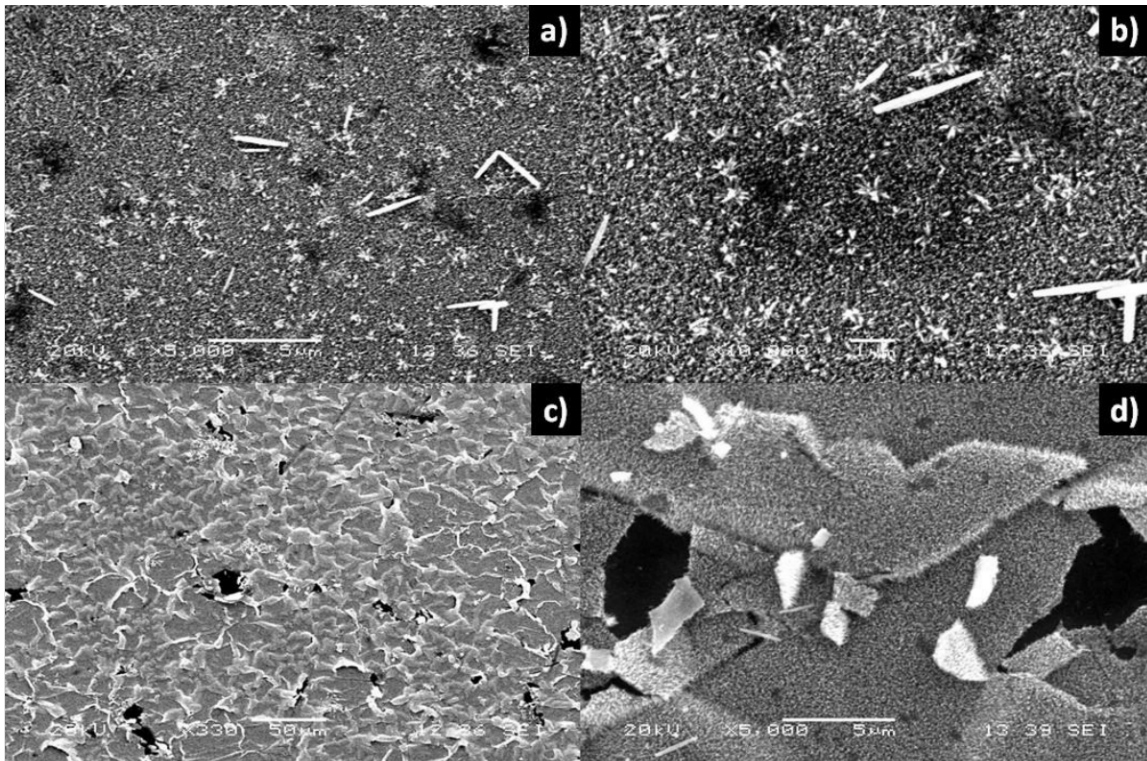


Figura 34 Superficie de la muestra M6 recubierta con nanocables de ZnO.

La superficie analizada por MEB de la muestra M7 es mostrada en la figura 35, se observa que el crecimiento de los nanocables es homogéneo y con aglomeraciones de estos en algunas zonas de la muestra (inciso a)). Es notoria la forma en la que los nanocables de ZnO crecen en todas direcciones partiendo de un solo punto, como se muestra en las imágenes b), c) y d). Se puede observar que la forma algunos de los nanocables es hexagonal y alargada, entrecruzándose unos con otros dejando pequeños huecos entre ellos.

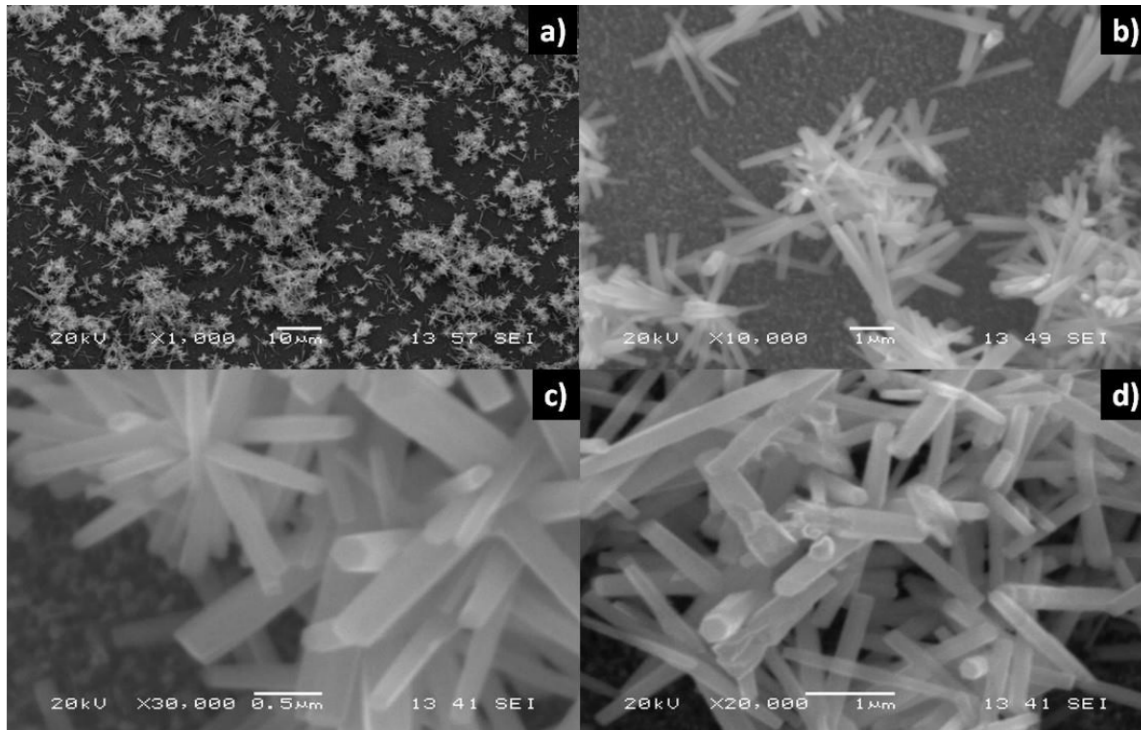


Figura 35 Superficie de la muestra M7 recubierta con nanocables de ZnO.

Los nanocables de ZnO mostrados en la figura 36 corresponden a los de la muestra M8, éstos crecieron de forma homogénea sin una dirección específica y de manera aglomerada, generando huecos debido al entrecruzamiento entre ellos (inciso a) y b)). Se observa que existe una pequeña hendidura en la superficie de la muestra en la cual pareciera no existir el crecimiento de los nanocables (inciso c)), pero al realizar un acercamiento a esa zona se puede ver que existe un crecimiento de nanocables en menor tamaño, como se muestra en el inciso d). En esta muestra no fue posible definir el tipo de crecimiento de los nanocables debido a que el tamaño de ellos es muy pequeño y no fue posible enfocar una zona para definir este punto.

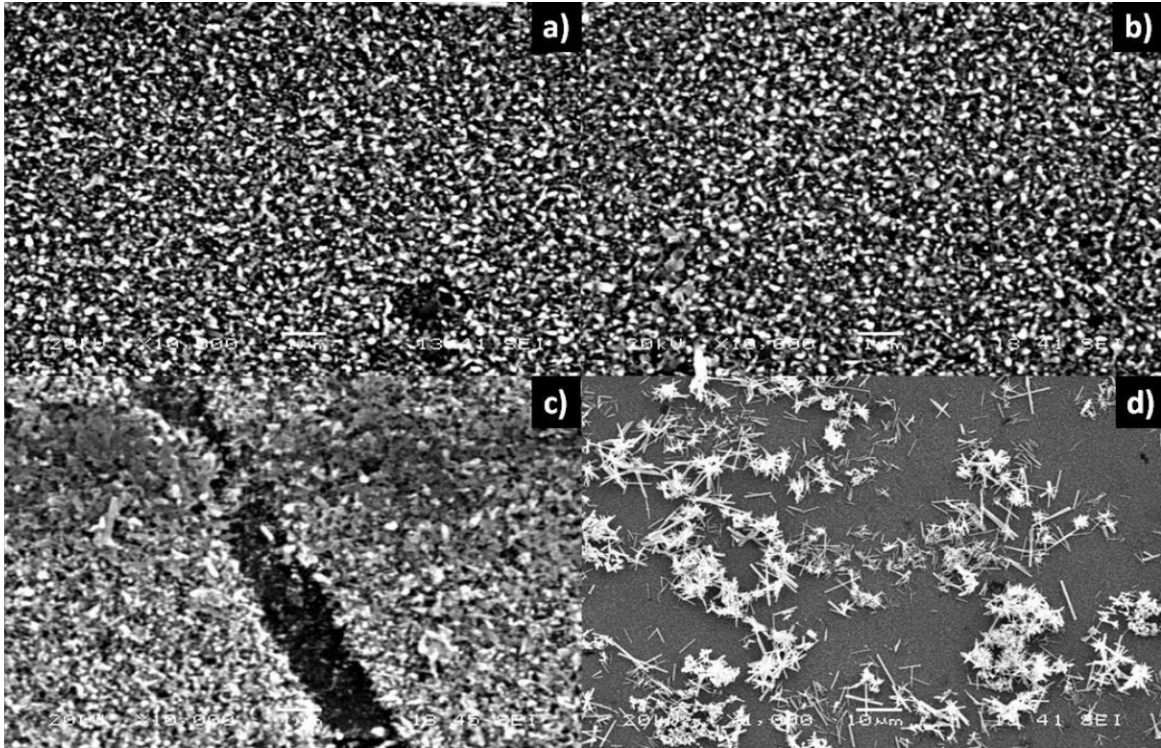


Figura 36 Superficie de la muestra M8 recubierta con nanocables de ZnO.

Los nanocables de ZnO sintetizados en la muestra M9 crecieron homogéneamente y sin dirección preferente, se observan pequeñas aglomeraciones que poseen un mayor tamaño, dando apariencia de agujas de puntas redondeadas, como se muestra en la figura 37 incisos a) y b). Al realizar un acercamiento en la superficie del sustrato, se aprecia que los nanocables crecieron de forma alargada con diferentes espesores y se puede notar que poseen una forma hexagonal en algunos de ellos como lo ilustran los incisos c) y d), también es notorio que existen pequeños espacios libres entre ellos.



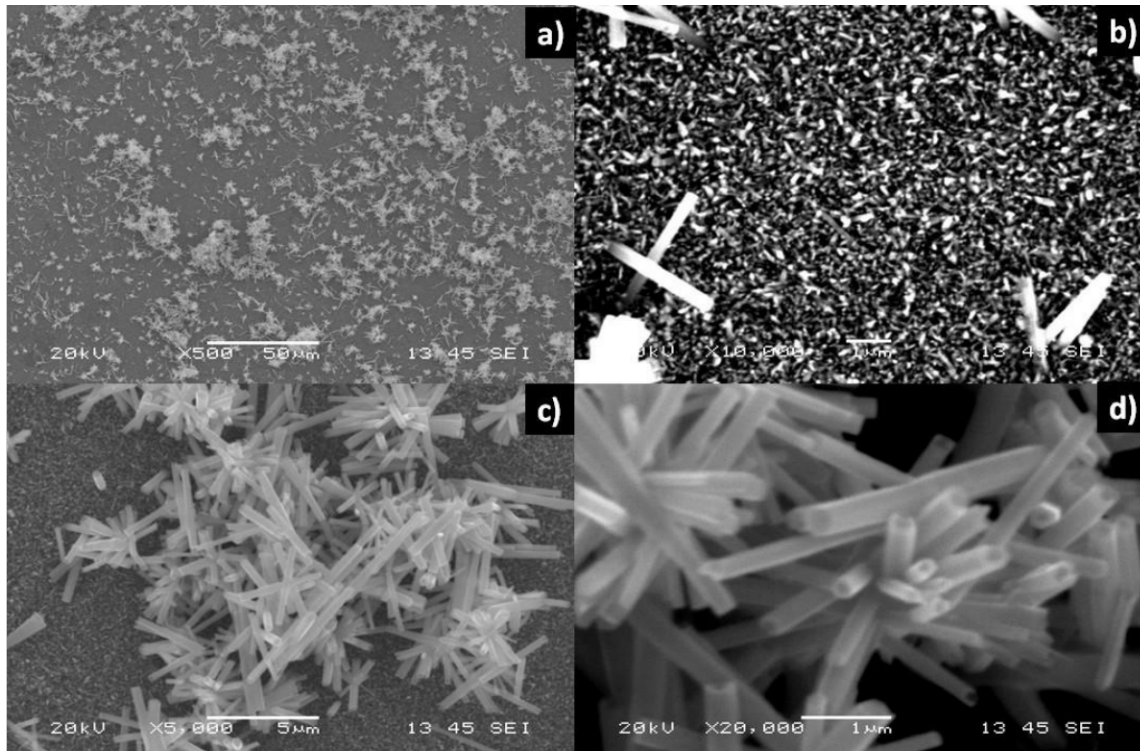


Figura 37 Superficie de la muestra M9 recubierta con nanocables de ZnO.

Los nanocables de ZnO sintetizados en la muestra M10 son mostrados en la figura 38, su crecimiento es homogéneo y pareciera en una sola dirección, además de presentar formas redondeadas en los puntos de término de ellos (incisos a) y b)). Es notorio que los espesores de éstos son de diversos tamaños y en algunas de las zonas se presentan aglomeraciones entre ellos, como lo muestra la ilustración c). En la imagen inciso d) podemos observar la aglomeración de los nanocables de ZnO y además la forma hexagonal que tiene algunos de ellos, así como su forma alargada con diferentes espesores, las zonas bajas que se observan debajo de las aglomeraciones también presentan nanocables de menor tamaño y de manera homogénea sobre la superficie de la muestra, se observa también que algunos nanocables crecieron perpendiculares a otros en una zona media de su longitud.

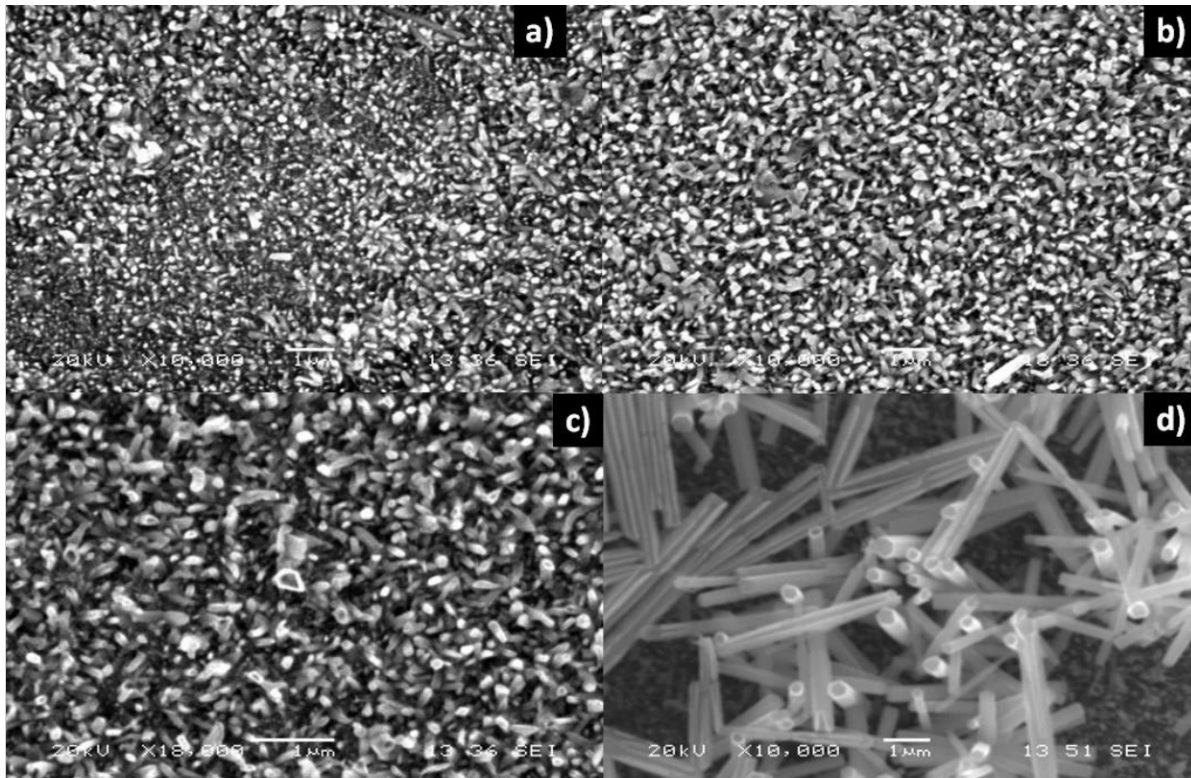


Figura 38 Superficie de la muestra M10 recubierta con nanocables de ZnO.

La muestra M11 presenta el crecimiento de nanocables de ZnO de forma homogénea y aglomerada sin dirección preferente y de diversos espesores como lo muestra la figura 39 inciso a). El crecimiento de estos, parte de puntos distintos y en algunos casos tienen el mismo punto de crecimiento (imagen inciso b)), pero con distintas direcciones como ya se había mencionado anteriormente. Se observa un crecimiento entrecruzado dejando huecos entre ellos (inciso c)), además, presenta zonas en las cuales pareciera no existir el crecimiento de los nanocables, pero éstos son de menor tamaño La forma de los nanocables de óxido de zinc sintetizados en esta muestra es hexagonales, (inciso d).

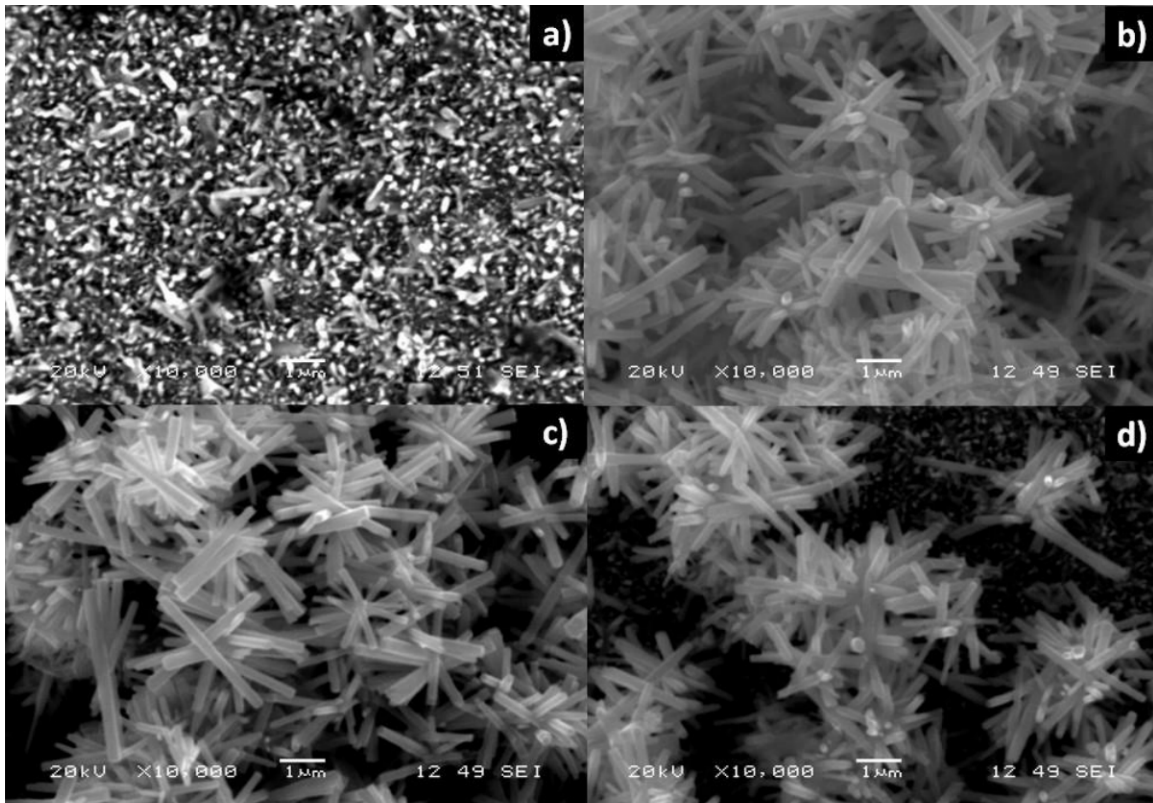


Figura 39 Superficie de la muestra M11 recubierta con nanocables de ZnO.

La figura 40 muestra los nanocables de ZnO sintetizados sobre la superficie de la muestra M12, en la cual podemos notar el crecimiento de estos de forma homogénea y en todas direcciones, como lo muestran las imágenes a), b) y c), en la imagen d) se muestra la existencia de nanocables en los cuales sobre los mismos crecen otra fase de nanocables aglomerados. Se observa que los espesores y longitudes de los nanocables son diversos y parecieran agujas muy delgadas, en esta muestra no fue posible determinar con exactitud la forma de los nanocables, debido a que se requiere de un equipo que posea una mayor resolución en el cual pudieran ser enfocados los nanocables.

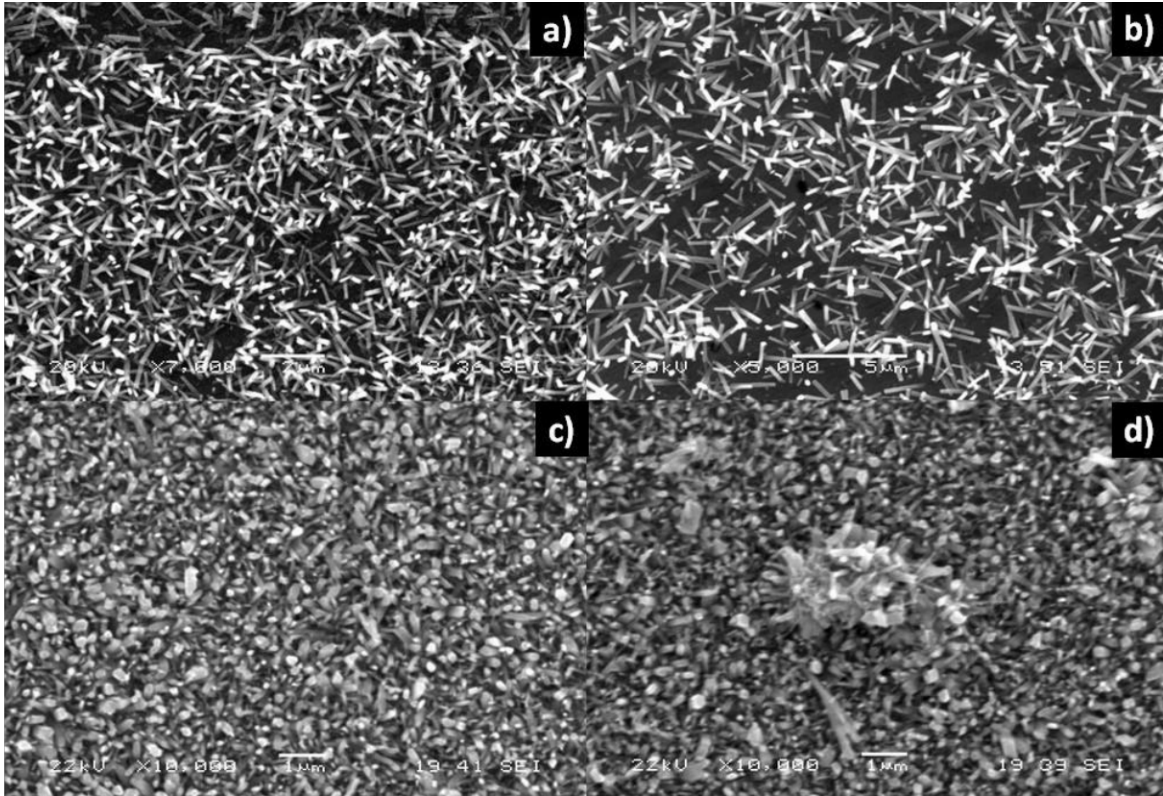


Figura 40 Superficie de la muestra M12 recubierta con nanocables de ZnO.

Se realizo

### 4.3 Medición de diámetro y longitud de nanocables de ZnO

La medición de diámetro y longitud de los nanocables de óxidos de zinc se realizó utilizando el software Digimizer [36]; la imagen a analizar es exportada al software, sobre la cual se colocan líneas en el diámetro de los nanocables realizando al menos 100 mediciones para obtener un promedio como se muestra en la figura 41; el diámetro promedio de los nanocables obtenidos en la muestra M7 es de 358.650 nm.

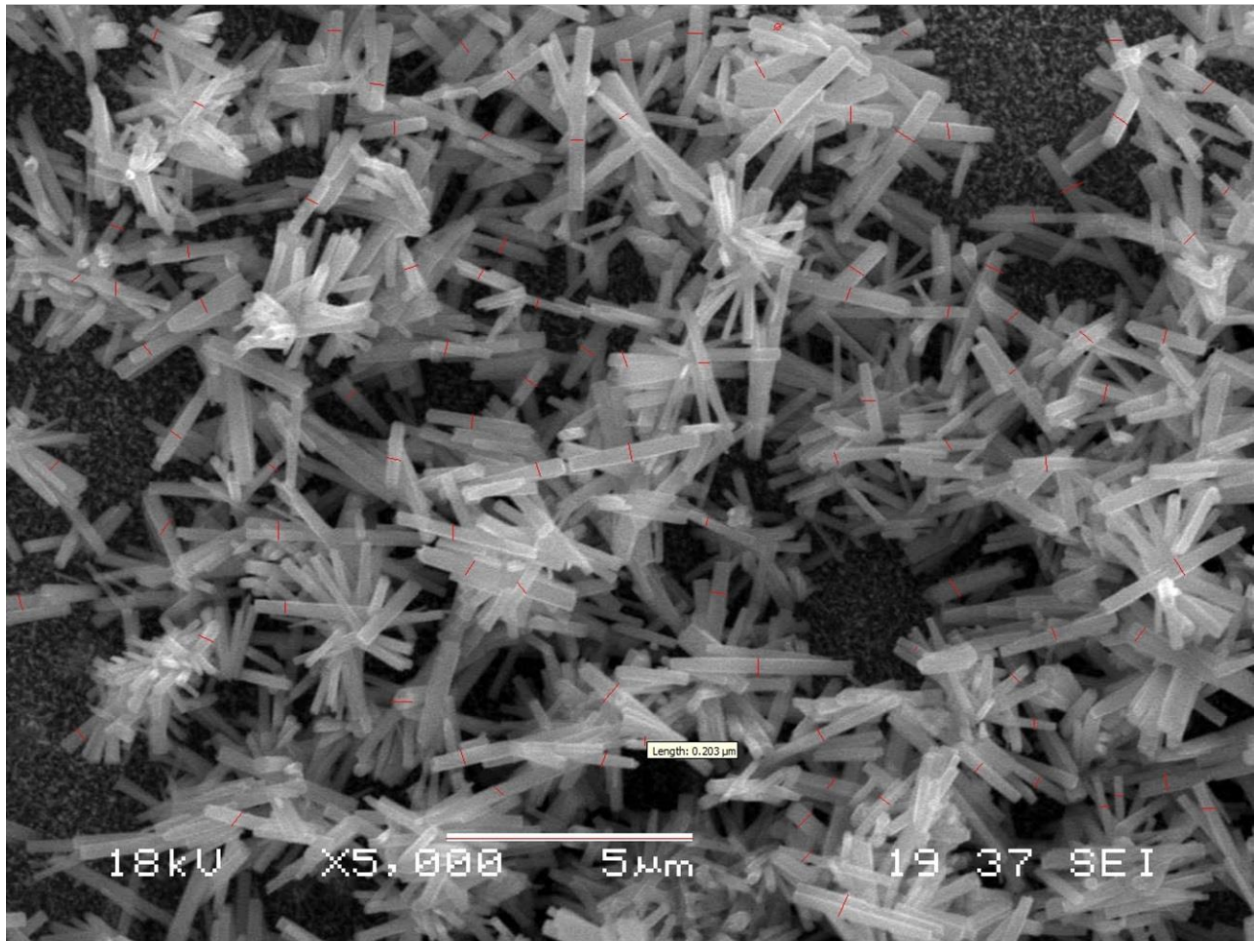


Figura 41 Medición del diámetro de los nanocables de ZnO.

La figura 42 muestra la medición de la longitud de los nanocables de óxido de zinc, en la cual al exportar la imagen al software se colocan líneas a lo largo del nanocables realizando como mínimo 100 mediciones, la longitud promedio de los nanocables en la muestra M7 es de 4.869  $\mu\text{m}$ .



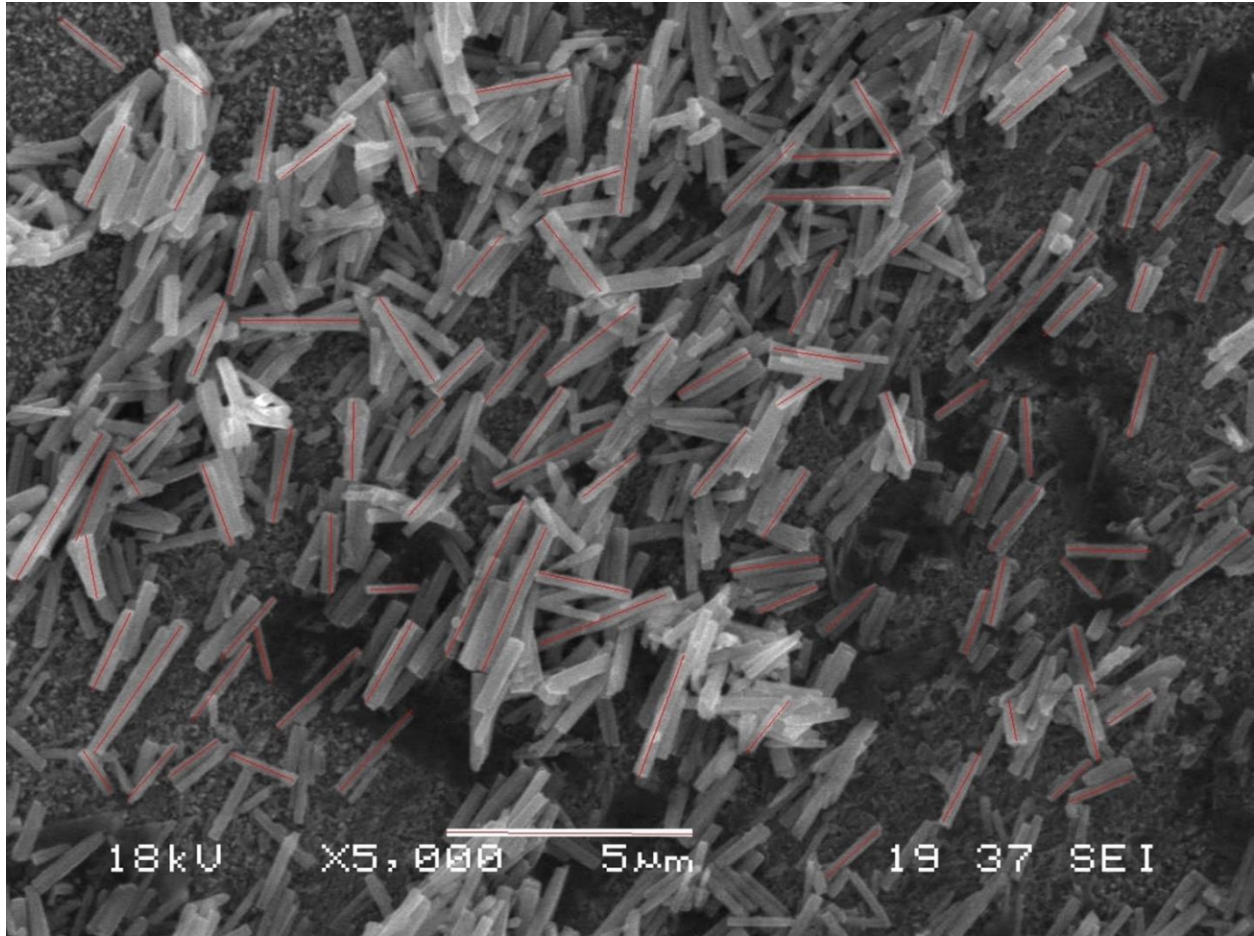


Figura 42 Medición de la longitud de los nanocables de ZnO.

La figura 43 muestra la medición de espesor de capa de adhesión que se realizó empleando el software Digimizer, en el cual se exporta la imagen a analizar y se realizan mediciones (60 mediciones), a lo largo de la capa, para así obtener un promedio aproximado del espesor de  $0.0747 \mu\text{m}$  (74.7 nm), la imagen analizada fue obtenida de la muestra M6 en la cual se logra apreciar la capa junto con el crecimiento de los nanocables de ZnO.

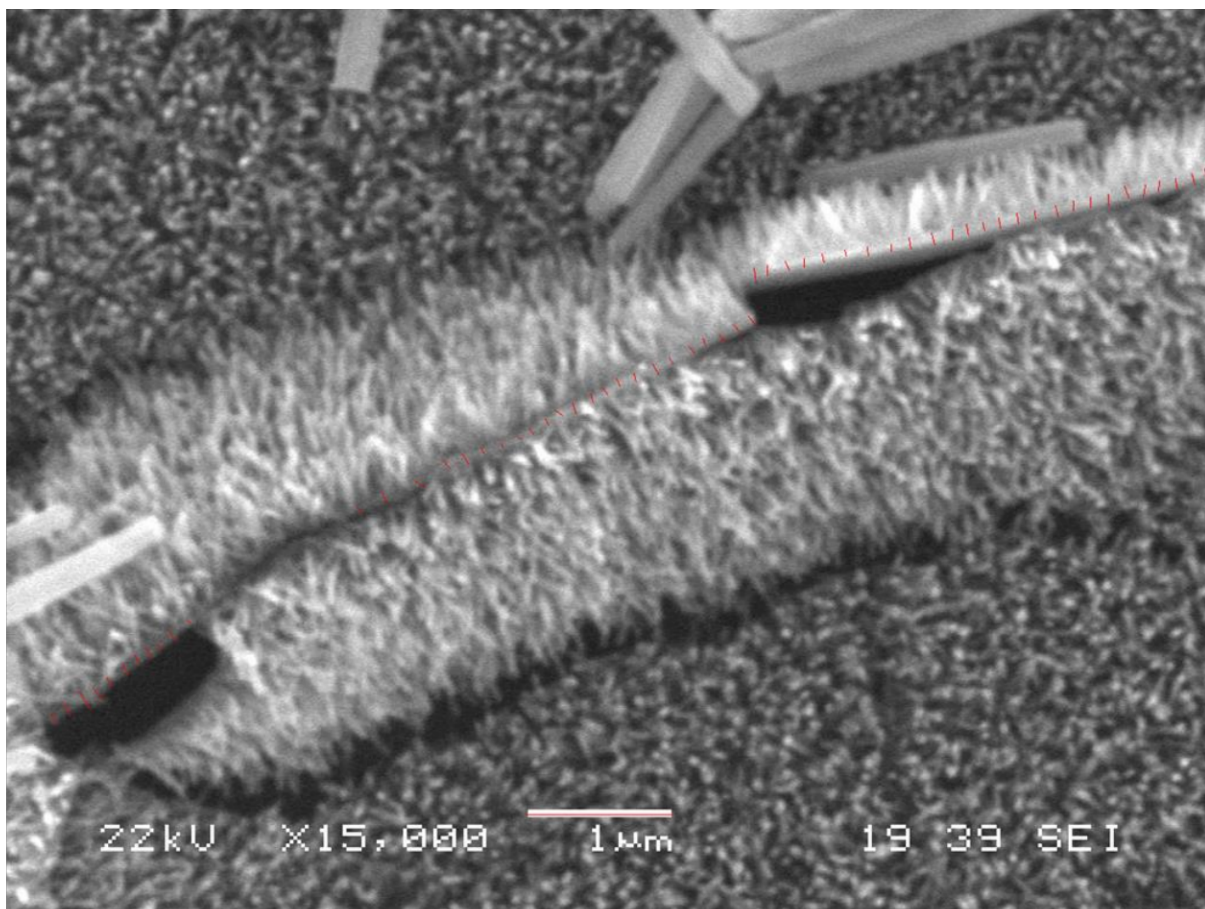


Figura 43. Medición de espesor de capa de adhesión en la muestra M6.

#### 4.4 Medición de ángulo de contacto.

La medición del ángulo de contacto se realizó empleando el software ImageJ, se exportó la imagen de la gota sobre la superficie de la muestra y se realizó la medición del ángulo.

Los ángulos de contacto obtenidos de los nanocables de ZnO obtenidos durante una hora por método hidrotermal de las muestras M1, M2 y M3 se muestran en la figura 44. Se observa que la muestra M1 presentó un ángulo de contacto en la semilla de  $28.402^\circ$ , luego se incrementó después de la síntesis de los nanocables de ZnO por el método hidrotermal, obteniendo un ángulo de  $39.315^\circ$ . En el caso de la muestra M2 se presenta un comportamiento similar al de la muestra M1, ya que de igual manera el

ángulo de contacto después del proceso hidrotérmal fue mayor ( $38.392^\circ$ ) al de la semilla ( $10.959^\circ$ ), el incremento en la muestra M2 es de 3.5 veces. En el caso de la muestra M3 ocurrió lo contrario, ya que el ángulo de contacto de la semilla fue mayor al presentado después del crecimiento de los nanocables mediante el proceso hidrotérmal ( $49.067^\circ$  semilla y  $46.487^\circ$  nanocables).

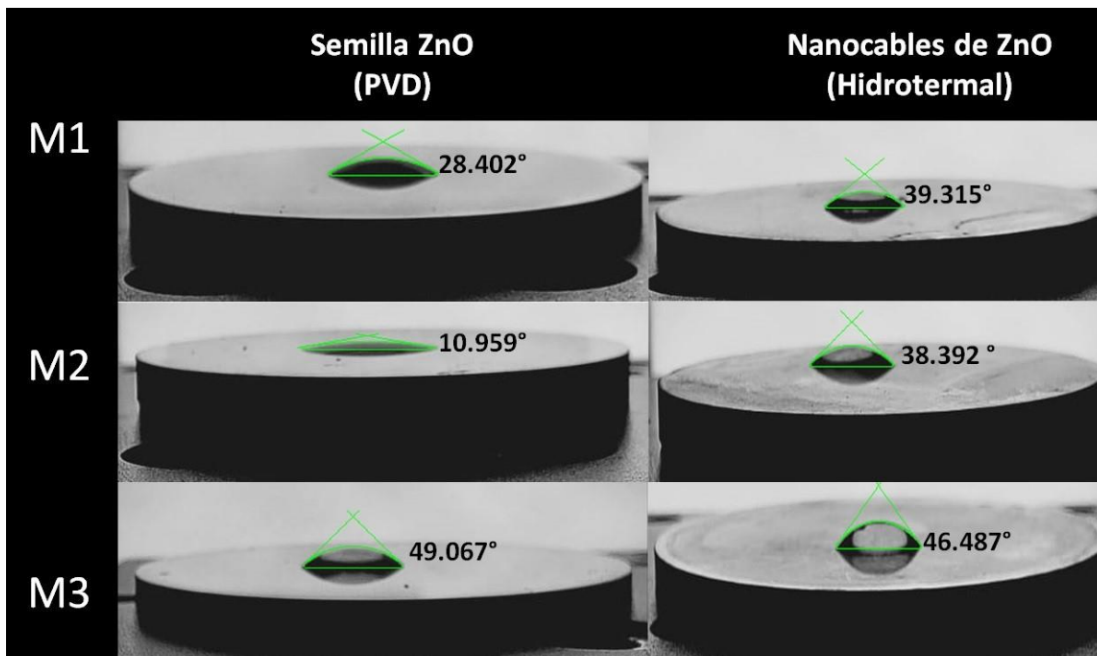


Figura 44 Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 1 hora de proceso hidrotérmal.

Los ángulos de contacto obtenidos en las muestras M4, M5 y M6 procesadas a 2 horas por el método hidrotérmal son mostrados en la figura 45. Los ángulos obtenidos en la muestra M4 presentan un incremento después de la síntesis de los nanocables de ZnO, ya que se obtuvo un valor de  $80.406^\circ$  después del proceso y el obtenido de la semilla fue de  $17.700^\circ$ , lo que representa un incremento considerable para esta muestra. La muestra M5 presenta un decremento en el ángulo de contacto después del proceso hidrotérmal, al igual que la muestra M6 ( $9.956^\circ$  y  $8.646^\circ$  respectivamente), ya que la semilla de ZnO obtenida en el proceso de PVD presentan mayores ángulos de contacto en estas mismas muestras (M5  $13.563^\circ$  y en M6  $38.625^\circ$ ).

La figura 46 muestra los ángulos de contacto obtenidos se las muestras M7, M8 y M9 de las semillas y de los nanocables de ZnO (4 horas de proceso hidrotérmal)



depositados sobre la superficie del sustrato. Se obtuvo un ángulo de contacto en la semilla de ZnO de  $23.263^\circ$  de la muestra M7, incrementándose al momento de sintetizar los nanocables de ZnO hasta un valor de  $71.075^\circ$ . En la muestra M9 el ángulo después del proceso hidrotérmal se incrementó a  $52.147^\circ$  y en la semilla se obtuvo un ángulo de  $20.364^\circ$ , un incremento de más del 100%. El mejor ángulo de contacto de esta serie de muestras la obtuvo la M8, la cual su valor es de  $91.123^\circ$  después de la síntesis de los nanocables de ZnO, superando el ángulo inicial en la semilla ( $10.767^\circ$ ), observándose una gota completamente semicircular.

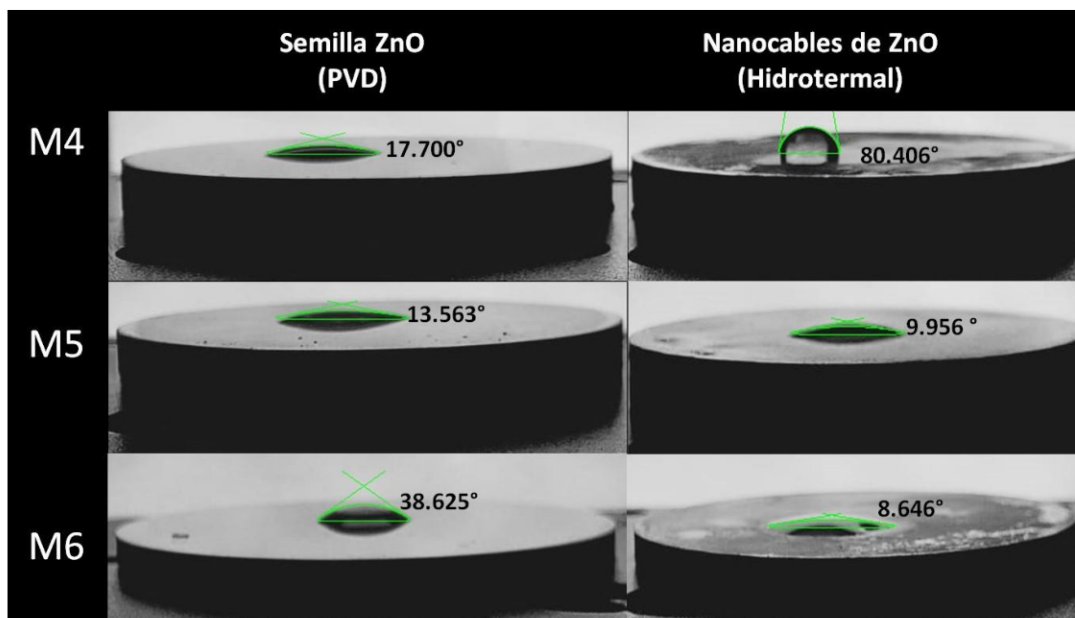


Figura 45 Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 2 hora de proceso hidrotérmal.

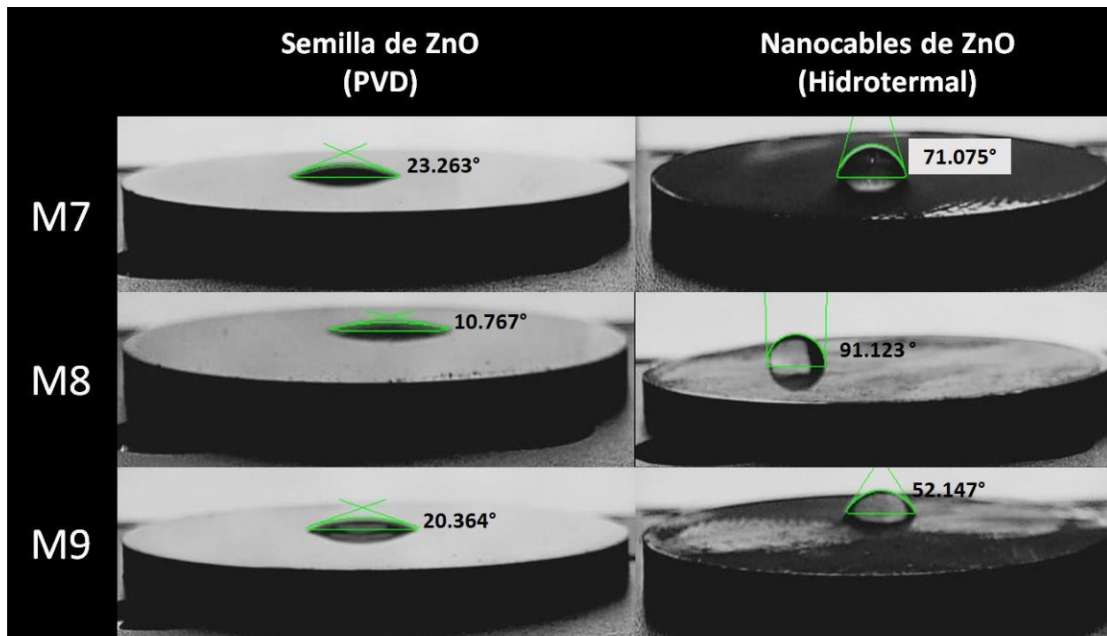


Figura 46 Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 4 hora de proceso hidrotermal.

La figura 47 muestra los resultados obtenidos de los ángulos de contacto de la semilla y de los nanocables de ZnO sintetizados en las muestras M10, M12 y M13. El mejor ángulo de contacto obtenido después del crecimiento de los nanocables de ZnO es de 121.449°, obtenido en la superficie de la muestra M10 superando casi al doble el ángulo de contacto de la semilla (64.158°). La muestra M11 presenta un ángulo de contacto en la semilla de ZnO de 17.753°, incrementándose al término del proceso hidrotermal a un valor de 82.819°. Finalmente, la muestra M12 es la que presenta el menor incremento de los ángulos de contacto al término del proceso hidrotermal tuvo un valor de 56.633°, mientras que en la semilla de ZnO tuvo valor un ángulo de 19.557°

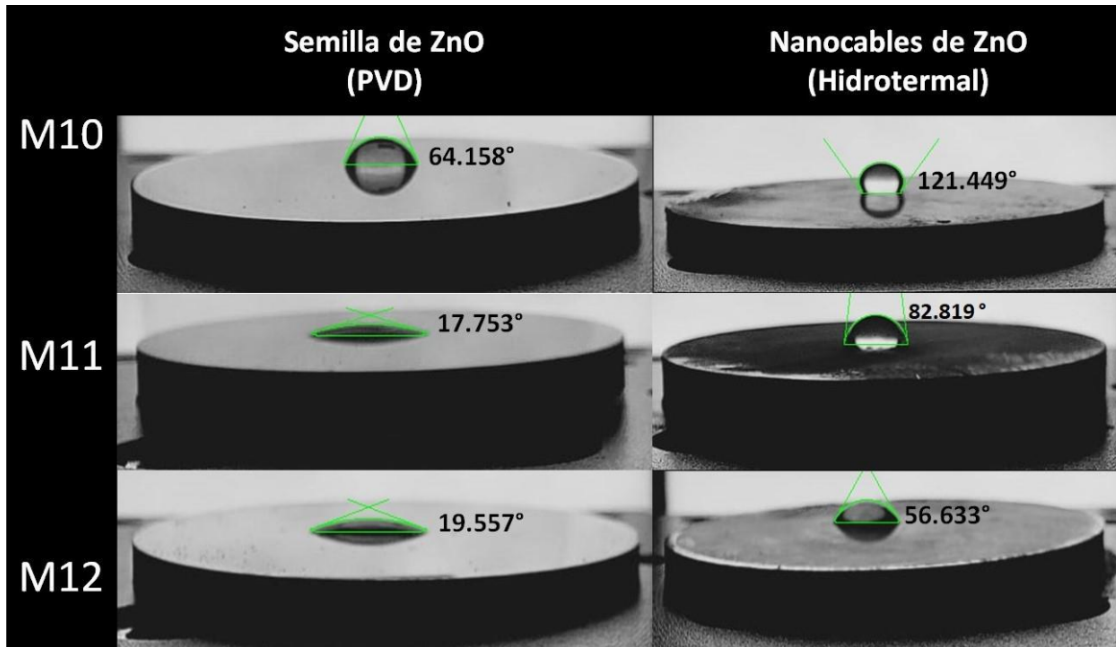


Figura 47 Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 6 hora de hidrotermal.

Todas las muestras caracterizadas por ángulo de contacto presentan ángulos menores a  $90^\circ$  en las semillas de ZnO depositadas por el método de PVD lo cual indica que las superficies son hidrofílicas. Las muestras caracterizadas por ángulo de contacto después de la síntesis de los nanocables de ZnO generados por el método hidrotermal que presentan un ángulo mayor a  $90^\circ$  fueran las muestras M8 y la M10, en las cuales los ángulos obtenidos en ellas fueron de  $91.123^\circ$  y  $121.449^\circ$  respectivamente, lo que indica que la superficie de esta muestra es hidrofóbica ya que repele el agua. Sin embargo, el resto de las muestras (M1, M2, M3, M4, M5, M6, M7, M9, M11 y M12) siguen siendo hidrofílicas, ya que los ángulos de contacto obtenidos siguen siendo menores a  $90^\circ$ , como se observa en la tabla 11. En dicha tabla, se muestran los parámetros que permite manipular el software ImageJ, donde “b” representa la abertura del ángulo, que se ajusta a la gota puesta sobre la superficie, “x” y “y” se emplean para mover la posición del enfoque y “h” es la altura de la gota.

Tabla 11 Parámetros empleados en la medición del ángulo de contacto.

Muestra	Proceso	Variable ImageJ					
		b	x	y	h	d	Ángulo de contacto
M1	PVD	101	232	31	12	2	28.402
	Hidrotermal	62	223	113	14	2	39.315
M2	PVD	329	225	42	6	2	10.959
	Hidrotermal	74	222	41	16	2	38.392
M3	PVD	58	208	65	20	2	49.067
	Hidrotermal	61	239	31	19	2	46.487
M4	PVD	169	198	40	8	2	17.700
	Hidrotermal	30	117	16	25	2	80.406
M5	PVD	251	208	30	7	2	13.563
	Hidrotermal	322	226	40	5	2	9.956
M6	PVD	64	223	50	14	2	38.625
	Hidrotermal	440	211	62	5	2	8.646
M7	PVD	123	209	44	10	2	23.263
	Hidrotermal	37	242	27	25	2	71.075
M8	PVD	284	238	25	5	2	10.767
	Hidrotermal	27	150	42	28	2	91.123

<b>M9</b>	<b>PVD</b>	<b>144</b>	<b>215</b>	<b>47</b>	<b>9</b>	<b>2</b>	<b>20.364</b>
	<b>Hidrotermal</b>	<b>44</b>	<b>249</b>	<b>23</b>	<b>17</b>	<b>2</b>	<b>52.147</b>
<b>M10</b>	<b>PVD</b>	<b>39</b>	<b>251</b>	<b>19</b>	<b>22</b>	<b>2</b>	<b>64.158</b>
	<b>Hidrotermal</b>	<b>23</b>	<b>233</b>	<b>57</b>	<b>35</b>	<b>2</b>	<b>121.449</b>
<b>M11</b>	<b>PVD</b>	<b>168</b>	<b>220</b>	<b>27</b>	<b>8</b>	<b>2</b>	<b>17.753</b>
	<b>Hidrotermal</b>	<b>32</b>	<b>227</b>	<b>22</b>	<b>28</b>	<b>2</b>	<b>82.819</b>
<b>M12</b>	<b>PVD</b>	<b>156</b>	<b>223</b>	<b>40</b>	<b>9</b>	<b>2</b>	<b>19.557</b>
	<b>Hidrotermal</b>	<b>40</b>	<b>224</b>	<b>25</b>	<b>18</b>	<b>2</b>	<b>56.633</b>

En la figura 48 se observan las superficies de la M1 a M12 con el crecimiento de nanocables a diferentes tiempos (1, 2, 4 y 6 horas). Las muestras M1, M4, M7 y M10 poseen una semilla de 50 segundos de deposición, puede observarse el crecimiento denso y vertical de los nanocables de óxido de zinc. Las superficies de M2, M5, M8 y M11 que tienen una semilla de 30 segundos de deposición también presentan un crecimiento vertical, pero de mayor tamaño comparado con las muestras de 50 segundos además de no tener una estructura definida. Las muestras M3, M6, M9 y M12 disponen de una semilla de 10 segundos de deposición mostrando un crecimiento constante conforme pasa el tiempo de síntesis de los nanocables de óxido de zinc.

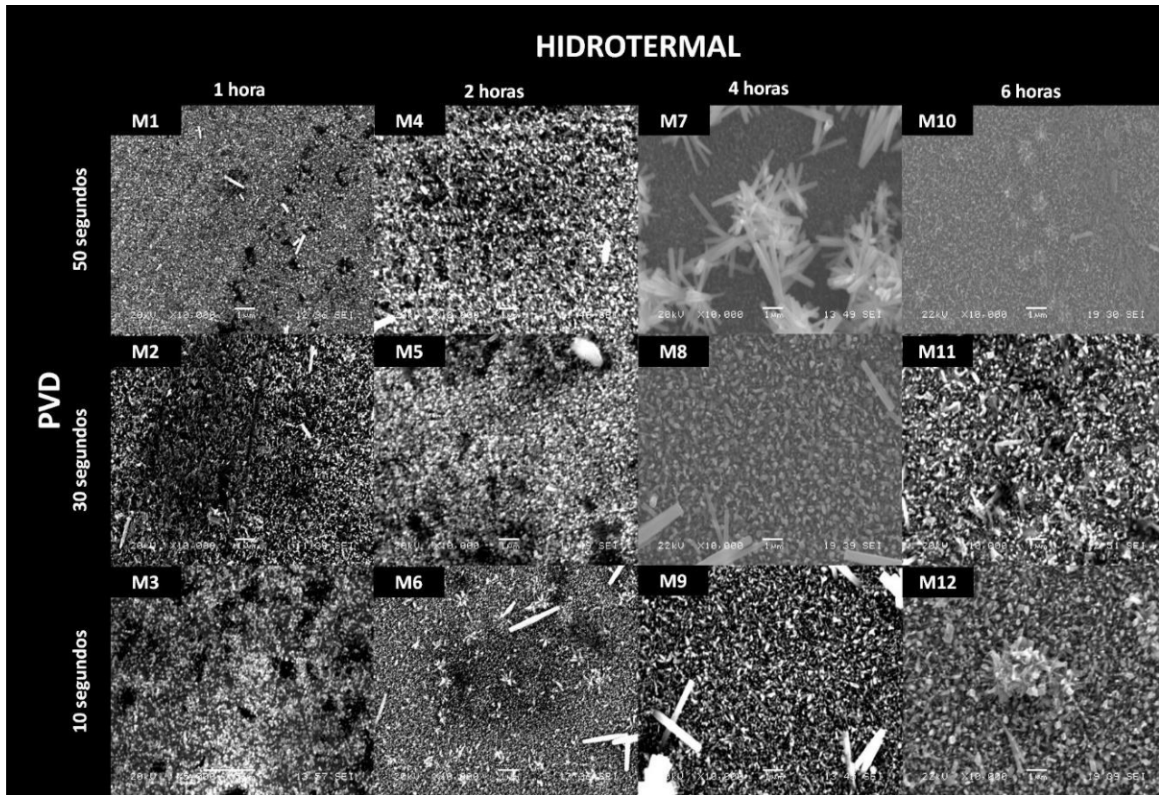


Figura 48 Micrografías con nanocables de ZnO de las superficies de las muestras M1 a M12.

La interacción entre las superficies sólida y líquida será mayor cuando los nanocables presenten mayor longitud (originado por el tiempo de proceso hidrotérmal), por lo que el crecimiento de nanoestructuras verticales propicia el encapsulamiento de aire entre las mismas aumentando de esta manera el ángulo de contacto entre la superficie nanoestructurada y el agua.

Es importante mencionar que sobre todas las superficies analizadas se encontraron dos fases de crecimiento de los nanocables, en la primera se localizan pequeñas estructuras columnares y sobre ellas crece una segunda fase con mayores tamaños, esto lo exhibe la figura 49 en la cual se observan placas del recubrimiento formadas por la primera fase y sobre ellas racimos de estructuras mayores.

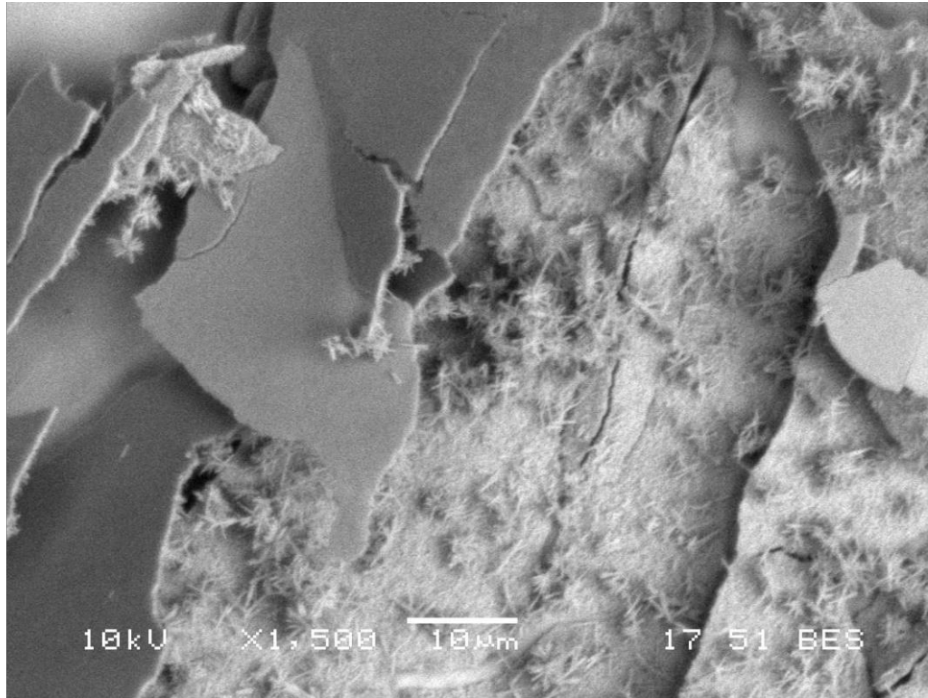


Figura 49 Fases de crecimiento de nanocables de ZnO.

#### **4.5 Ensayos de adhesión.**

Para el ensayo de adhesión en las superficies de las muestras recubiertas con nanocables de ZnO se tomó como referencia la norma VDI 3198 [37], y en la figura 50 se muestra el atlas de fallas de ésta. La prueba se realizó con un durómetro Rockwell C, empleando una carga de trabajo de 150 kg (1471 N). Una vez realizadas estas indentaciones, se compararon con las presentadas con la norma antes mencionada.



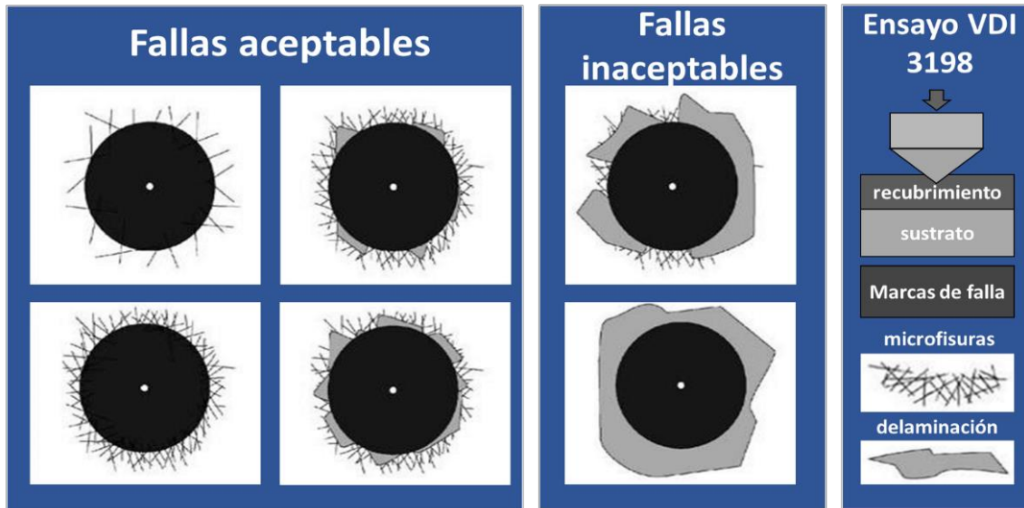


Figura 50 Principio del ensayo de adhesión de la norma VDI 3198 [37].

Al realizar el ensayo de adhesión en las muestras recubiertas con los nanocables de ZnO durante una hora de proceso hidrotérmal, se puede observar que las marcas generadas por el indentador de diamante produjeron un daño en la superficie de la muestra.

En el caso de la muestra M1, se observa un menor daño en comparación con las muestras M2 y M3, que presentan un mayor daño, como se puede observar en la figura 51 incisos a), b) y c), que corresponden a imágenes obtenidas por microscopía óptica. Además, a partir de las imágenes tomadas en MEB (incisos d), e) y f)), tomadas a 100X mediante la técnica de electrones secundarios (SEI), no se muestran delaminaciones catastróficas en la superficie, sólo pequeños desprendimientos, y en d) se notan pequeñas fracturas en la indentación generada. En las imágenes de los incisos g), h) e i), tomadas a 100X por la técnica de electrones retrodispersados (BES), se observa en las indentaciones existen pequeñas cavidades que se generaron durante el ensayo de adhesión. A pesar de lo anterior, y teniendo como referencia la norma VDI 3198, se puede concluir que las marcas generadas en las muestras M1, M2 y M3 son aceptables, ya que no presentan un daño catastrófico.



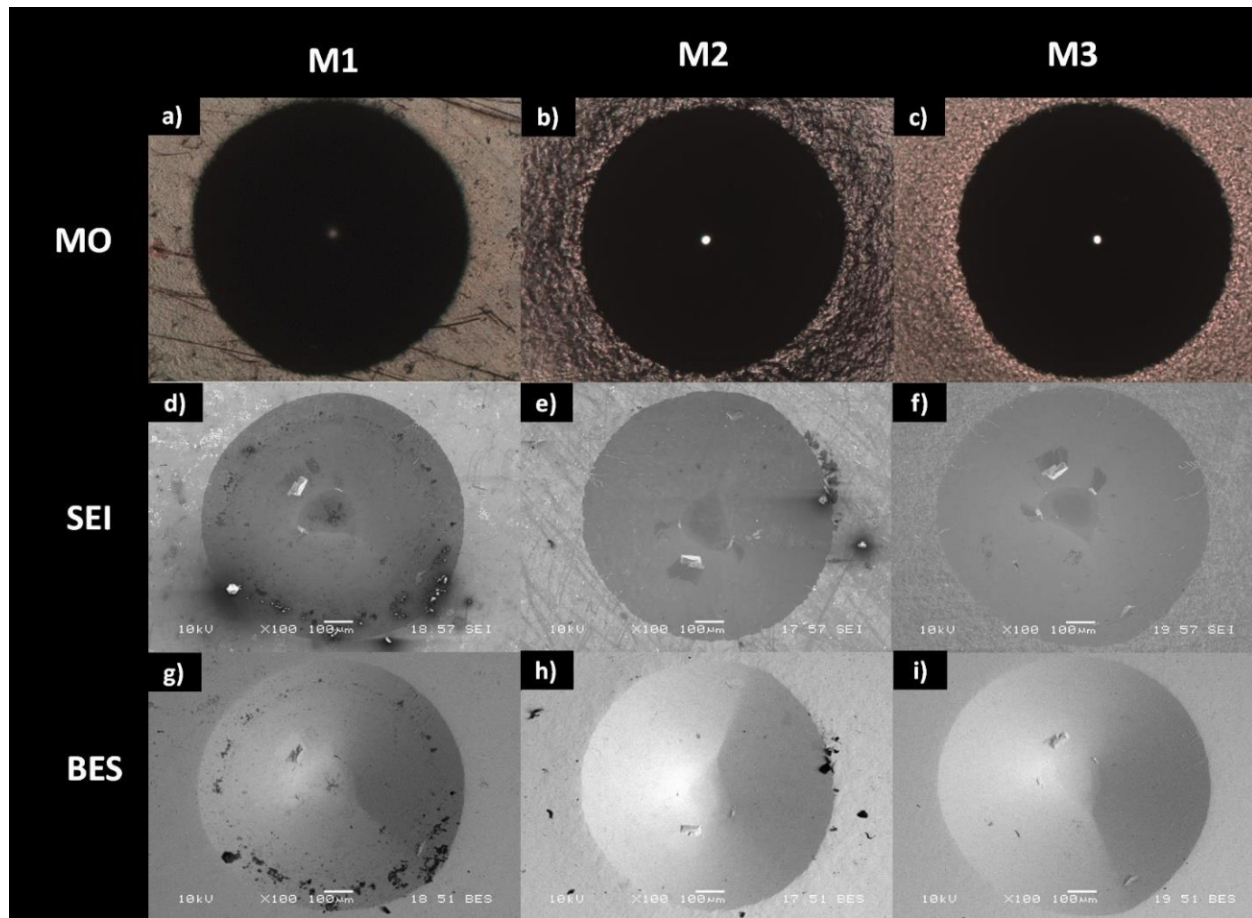


Figura 51 Prueba de adhesión a la superficie recubierta con nanocables de ZnO de las muestras M1, M2 y M3.

Las marcas generadas en las muestras M4, M5 y M6 que se presentan en la figura 52 a), b) y c) fueron obtenidas en microscopia óptica, se observa un daño menor en la muestra M6, la cual no presenta daños catastróficos en comparación con el daño generado en las muestras M4 y M5, en las cuales se nota un daño mayor. Las figuras 50 d), e) y f) fueron obtenidas por MEB en modo BES, en d) se ve el menor daño, no se observa agrietamiento en la superficie de las muestras; en la imagen e) se observa un mayor daño pues presenta un agrietamiento mayor del recubrimiento, de manera similar a la imagen f). En las imágenes g), h) e i) obtenidas por MEB en modo SEI, se muestra un desprendimiento mínimo del recubrimiento en h); en las imágenes g) e i) no se presentan desprendimientos de la capa de nanocables de ZnO. En el caso de estas muestras también se considera que las fallas provocadas durante el ensayo de adhesión son aceptables, tomando en cuenta la norma VDI 3198.

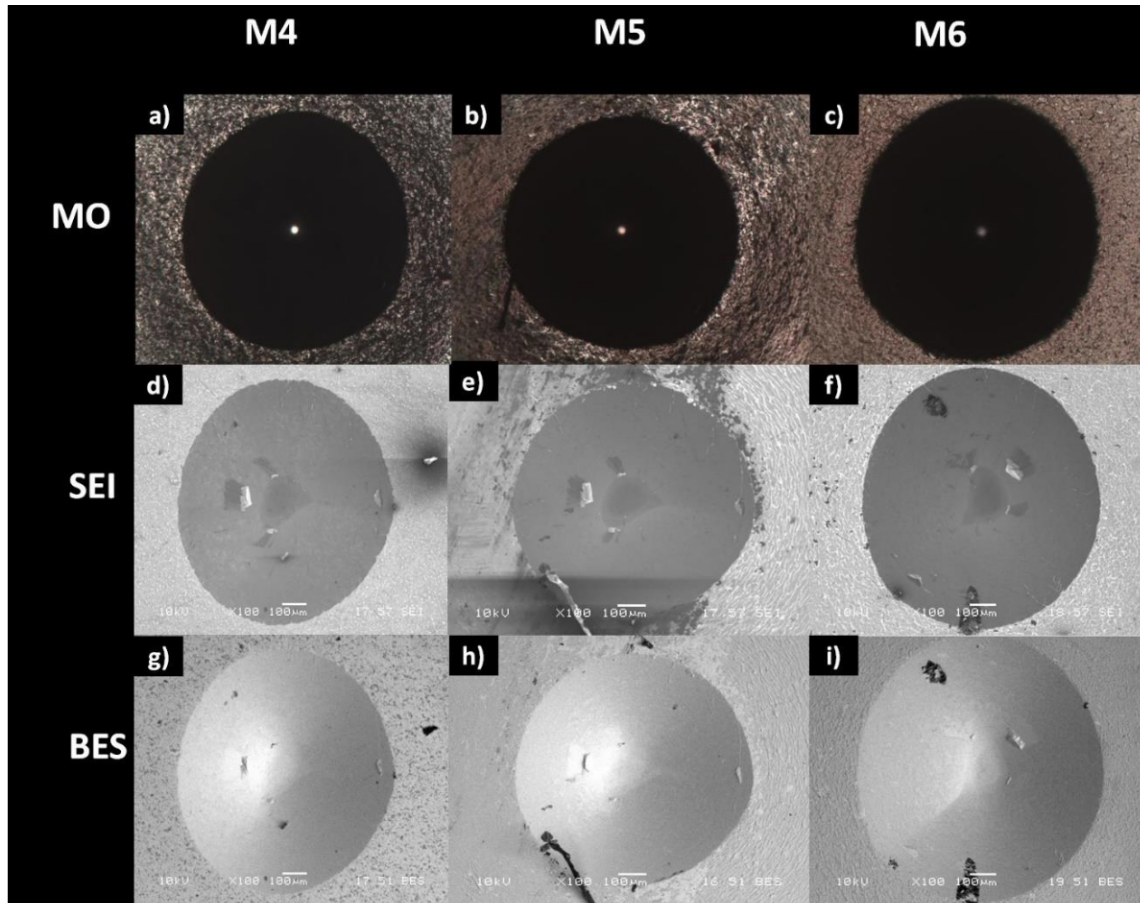


Figura 52 Prueba de adhesión a la superficie recubierta con nanocables de ZnO de las muestras M4, M5 y M6.

En la figura 53 a), b) y c) se muestran imágenes obtenidas en el microscopio óptico después del ensayo de adhesión en las muestras M7, M8 y M9, se puede observar que la muestra M7 (53 a)) presenta pequeños desprendimientos en algunas zonas de la muestra, esto se corrobora con las imágenes 53 d) y g), en las cuales se observa el desprendimiento provocado por el ensayo (MEB por SEI y BES respectivamente). De acuerdo con las imágenes b) (M8) y c) (M9), se puede ver que se presentan menores daños alrededor de las indentaciones, que se confirma con las imágenes mostradas en los incisos e) y f) (MEB por la técnica de SEI) y las imágenes h) e i) (MEB por la técnica de BES). Considerando el atlas de fallas de la norma VDI 3198, las muestras M7, M8 y M9 son consideradas aceptables, ya que los daños provocados durante el ensayo de adhesión no representan un daño catastrófico en la superficie.

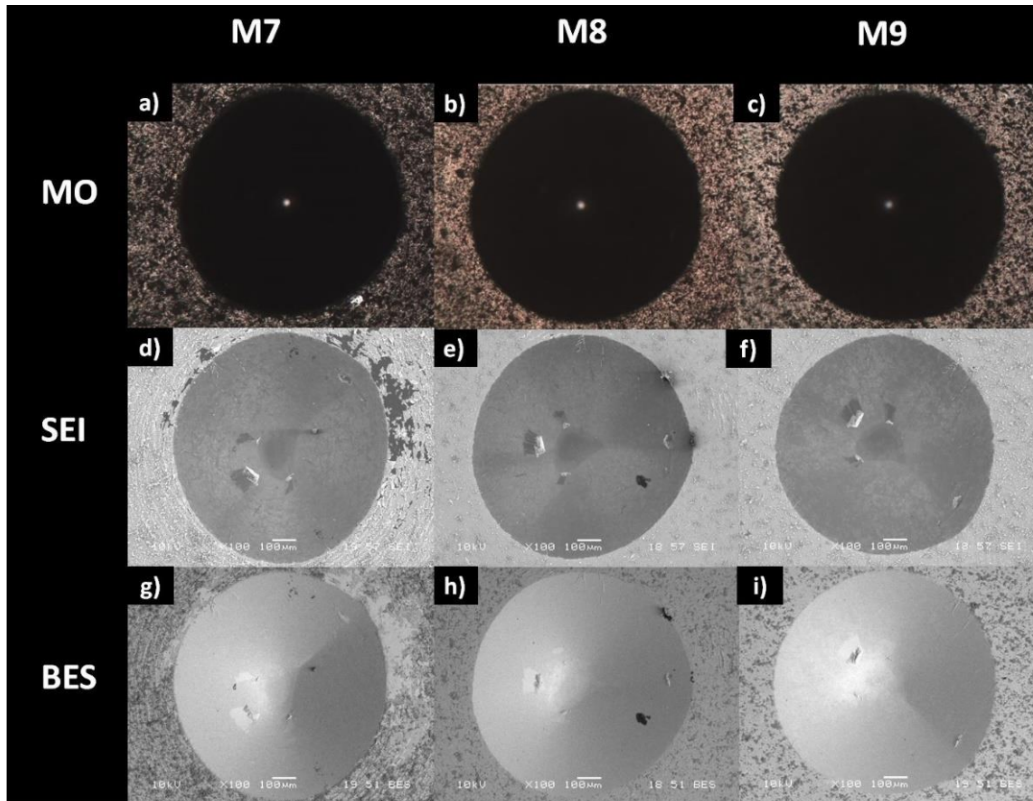


Figura 53 Prueba de adhesión a la superficie recubierta con nanocables de ZnO de las muestras M7, M8 y M9.

Las imágenes mostradas en la figura 54 corresponden a las muestras M10, M11 y M12 obtenidas por MO (incisos a), b) y c)), MEB SEI (incisos d), e) y f)) y MEB BES (incisos g), h) e i)). Se puede observar un desprendimiento catastrófico alrededor de la muestra M11 (54 b)), corroborado por las imágenes e) y h)). En las imágenes de los incisos a), d) y g) se presenta un ligero agrietamiento en la superficie de la muestra M10, mientras que en la muestra M12 (c), f) e i)), no se observa desprendimiento del recubrimiento, aunque sí presenta algunas grietas. Debido a que la muestra M11 presenta un desprendimiento considerable del recubrimiento de los nanocables de ZnO, y considerando las referencias de la norma VDI 3198, esta muestra no es aceptable, ya que presentó un daño catastrófico alrededor de toda la indentación generada durante el ensayo de adhesión. Las muestras M10 y M12 son aceptables, ya que los daños provocados son menores en comparación con la muestra M11.



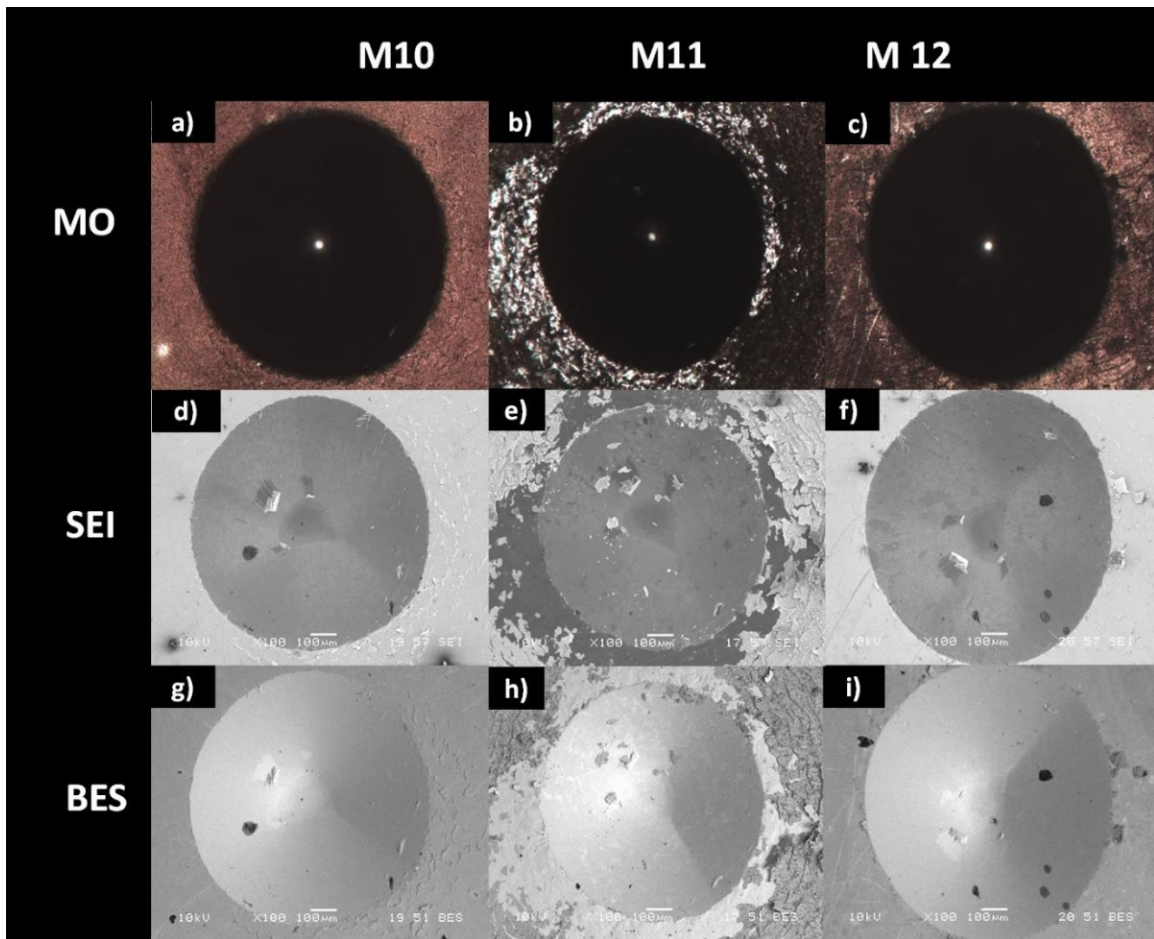


Figura 54 Prueba de adhesión a la superficie recubierta con nanocables de ZnO de las muestras M10, M11 y M12.

## Capítulo 5. Conclusiones.

De acuerdo con los resultados obtenidos podemos concluir:

1. El análisis de dispersión de energía corrobora la obtuvieron semillas de ZnO sobre un sustrato de acero 316L por PVD.
2. La difracción de rayos x ratifica que el método hidrotérmico promueve el crecimiento en el eje C de nanocables de ZnO con estructura hexagonal (wurtzita), en el plano (002).
3. El método hidrotermal sintetiza nanocables de ZnO con diámetros de 358.65 nm y una longitud de 4.869  $\mu\text{m}$  en promedio.
4. El proceso de PVD genera espesores de la semilla de ZnO de 74.4 nm en promedio.
5. El tiempo en el proceso hidrotermal es un factor que influye en el crecimiento de los nanocables de óxido de zinc y la humectabilidad de la superficie.
6. Las humectabilidades más bajas se presentaron en las muestras M8 y M10 las cuales obtuvieron ángulos mayores a  $90^\circ$ .
7. Todas las muestras a excepción de la muestra M11 tienen fallas aceptables en el ensayo de adhesión de acuerdo con las referencias mostradas en la norma VDI3198.

## Capítulo 6. Referencias.

- [1] K. K. V. K. A. a. S. T. A. V. Rane, Methods for Synthesis of Nanoparticles and Fabrication of Nanocomposites, in Synthesis of Inorganic Nanomaterials., Woodhead Publishing, 2018, pp. 121-139.
- [2] H. V. G. I. H. J. G. M.-L. M. A. Schneiser, «Carburization and metal dusting on iron.,» p. 336, 1998.
- [3] H. J. G. a. I. WOLF, «Carburization and oxidation,» *Materials Science and Engineering*, vol. 87, pp. 23-33, 1987.
- [4] E. Greenbaum, The films a coating in biology., S. Nazarpour., Ed., Canada.
- [5] Y. A. M. C. Y. R. K. K. Z. B. J. M. M. Najih, «Characterization of ZnO thin films elaborated by cathodic sputtering with different oxygen percentages: investigation of surface energy.,» *Journal of Physics: Conference Series*, 2019.
- [6] S. A. J. & M. S. Bagga, «Synthesis and applications of ZnO nanowire: A review,» *AIP Conference Proceedings*, vol. 1989, 2018.
- [7] L. D. Chadler, Explained: Hydrophobic and hydrophilic Better understanding of how surfaces attract or repel water could improve everything from power plants to ketchup bottles., E. U.: MIT News Office, 2013.
- [8] M. Y. S. J. L. M. W. a. L. H. E. Broitman, «Nanoscale piezoelectric response of ZnO nanowires measured using a nanoindentation technique,» *Physical Chemistry Chemical Physics*, vol. 15, pp. 11113-11118, 2013.

- [9] M. K. R. K. S. a. D. Y. G. Yangyang Zhang, «Synthesis, Characterization, and Applications of ZnO Nanowires,» *Journal of Nanomaterials*, vol. 2012, pp. 1-22, 2012.
- [10] S. Vyas, «A Short Review on Properties and Applications of Zinc Oxide Based Thin Films and Devices : ZnO as a promising material for applications in electronics, optoelectronics, biomedical and sensors,» *Johnson Matthey Technol. Rev*, vol. 64, pp. 202-218, 2020.
- [11] J. A. a. S. M. Shobi Bagga, «Synthesis and Applications of ZnO Nanowire: A Review.,» *AIP Conference Proceedings* , vol. 1989, 2018.
- [12] B. Rosales, Desarrollo de un recubrimiento hidrofóbico autolimpiable de SiO<sub>2</sub> @ TiO<sub>2</sub> para preservación de estética y remoción de bioaerosoles., 2018.
- [13] S. S. N. Kumar, «Dipcoating.,» *Perovskite Photovoltaics*, 2021.
- [14] M. A. A. Torres, Sintesis y caracterización de nanoalambres de ZnO por el método hidrotermal, IPN, 2017.
- [15] X. L. Y. L. D. G. A. L. C. XIUSHENG LI, «Using Novel Semiconductor Features to Construct Advanced ZnO Nanowires-Based Ultraviolet Photodetectors: A Brief Review.,» *IEEE ACCESS*, vol. 9, pp. 11954-11973, 2022.
- [16] H. S. K. a. H. T. K. G. Faraji, Severe Plastic Deformation, vol. 1, ELSEVIER, 2018.
- [17] N. A. M. Aliofkhazraei, «7.04 - PVD Technology in Fabrication of Micro- and Nanostructured Coatings,» *Comprehensive Materials Processing Elsevier*, vol. 7, pp. 49-84, 2014.

- [18] A. S. H. Makhoul, «1 - Current and advanced coating technologies for industrial applications,» *Nanocoatings and Ultra-Thin Films*, pp. 3-23, 2011.
- [19] J. B. S Grainger, *Engineering Coatings. Design and Application*, Elsevier., Ed., 1998.
- [20] Y. Z. M. L. D. A. H. Y. G. Zhang Shi, «Dynamic contact angle hysteresis in liquid bridges,» *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, vol. 555, pp. 365-371, 2018.
- [21] T. Young, «III. An essay on the cohesion of fluids,» pp. 65-87, 1805.
- [22] R. N. Wenzel, «Resistance of solid surfaces to wetting by water,» 1936.
- [23] A. Marmur, «Solid-Surface Characterization,» *Annual Review of Materials Research*, vol. 39, pp. 473-489, 2009.
- [24] H. S. A. T. A. J. Renate Förch, *Surface Design: Applications in Bioscience and Nanotechnology*, 2009.
- [25] E. C. M. F. A. V. G. S. G. Jimenez-Cadena, «Synthesis of different ZnO nanostructures by modified PVD process and potential use for dye-sensitized solar cells,» *Materials Chemistry and Physics*, vol. 124, pp. 694-698, 2010.
- [26] P. K. S. P. C. C. M. H. P. E. V. P. S. L. N. N. P. L. J. Kaewkhao, «Hydrothermal synthesis of photo-induced hydrophilic ZnO nanorods,» *Materials Today: Proceedings*, vol. 5, pp. 14121-14125, 2018.



- [27] «ZnO nanowires decoration on carbon fiber via hydrothermal synthesis for paper-based friction materials with improved friction and wear properties.,» *Ceramics International*, vol. 44, pp. 4204-4210, 2018.
- [28] A. S. a. S. Singh., «ZnO nanowire-coated hydrophobic surfaces for various biomedical applications,» *Bulleting of Materials Science* , 2018.
- [29] L. K. F. M. M. M. A. F. S. M. J. S. M. M. .... K. M. Foong, «Applications of nano-materials in diverse dentistry regimes.,» *RSC Advances*, pp. 15430-15460, 2020.
- [30] M. C.-G. & Y. L.-W. Clotaire Chevalier-César, «Growth mechanism studies of ZnO nanowire arrays via hydrothermal method,» *Applied Physics A*, vol. 115, pp. 953-960, 2014.
- [31] S. L. Y. Y. S. M. H. H. C. C. M. Y. C. Hyeon Jin Jung, «Low-temperature hydrothermal growth of ZnO nanorods on sol-gel prepared ZnO seed layers: Optimal growth conditions,» *Thin Solid Films*, vol. 524, pp. 144-150, 2012.
- [32] C. T. F. M. D. R. M. L. H. R. M. L. Thomas Demes, «Mechanisms involved in the hydrothermal growth of ultra-thin and high aspect ratio ZnO nanowires,» *Applied Surface Science*, vol. 410, pp. 423-431, 2017.
- [33] L. F.-G. Dulce Viridiana MeloMáximo, «Additively manufactured electrohydrodynamic ionic liquid pure-ion sources for nanosatellite propulsion,» *Additive Manufacturing*, 2020.
- [34] A. O. a. J. J. Acosta, «Process monitoring during AlN deposition by reactive magnetron sputtering.,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, pp. 7992-7999, 2007.

- [35] T. M. M. M. D. S. T. B. M. U. A.F. Stalder, «Low-Bond Axisymmetric Drop Shape Analysis for Surface Tension and Contact Angle Measurements of Sessile Drops,» *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 364, pp. 72-81, 2010.
- [36] M. S. Ltd, «Digimizer image analysis software,» 2005-20023. [En línea]. Available: <https://www.digimizer.com/>. [Último acceso: 2023].
- [37] A. A. N. B. N. Vidakis, «The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds,» *Journal of Materials Processing Technology*, pp. 481-485, 2003.

## Capítulo 7. ANEXOS

Tabla 12 Tiempos de proceso de los sustratos de acero 316L mediante el proceso de PVD e hidrotermal.

Muestra	Semilla de ZnO	Nanocables de ZnO
	Tiempo PVD (segundos)	Tiempo Hidrotermal (horas)
M1	5	4
M2	5	2
M3	5	1
M4	1	4
M5	1	2
M6	1	1

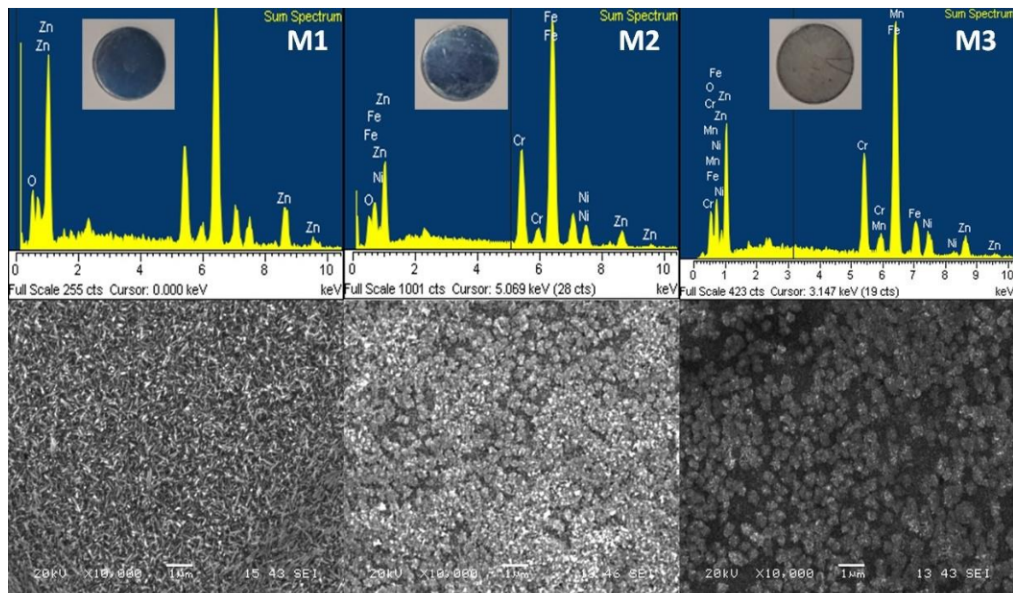


Figura 55 Análisis de dispersión de energía del método de PVD a 5 segundos e hidrotermal a 4, 2 y 1 hora.

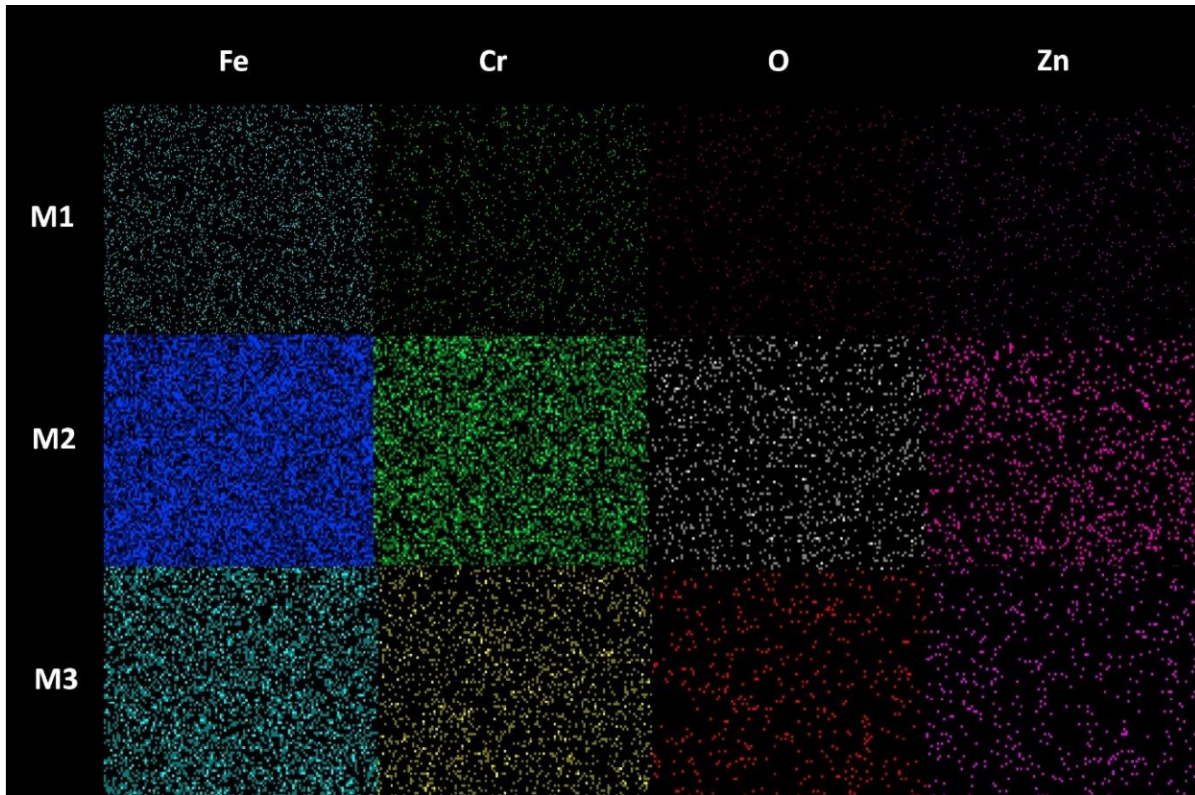


Figura 56 Mapeo por elementos del método de PVD a 5 segundos e hidrotermal a 4, 2 y 1 hora.

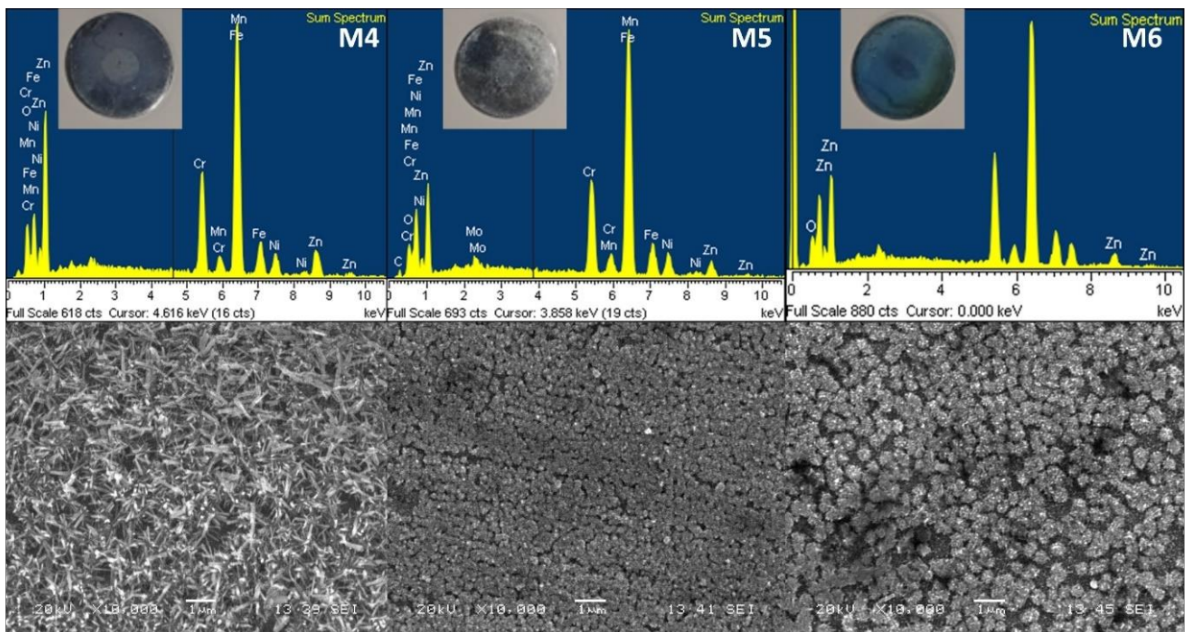


Figura 57 Análisis de dispersión de energía del método de PVD a 1 segundo e hidrotermal a 4, 2 y 1 hora.



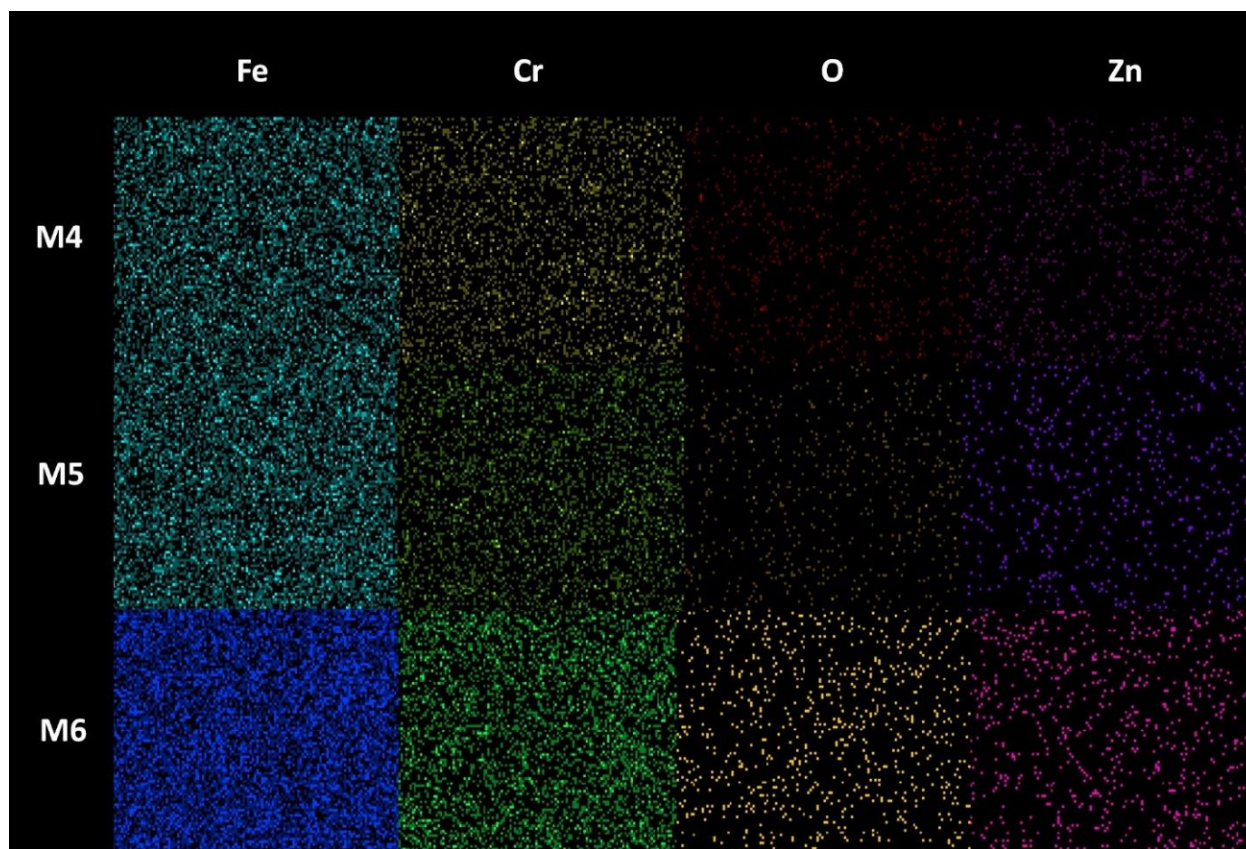


Figura 58 Análisis de dispersión de energía del método de PVD a 1 segundo e hidrotérmal a 4, 2 y 1 hora.

Tabla 13 Concentración en % peso de Zn y O de los nanocables sintetizados por el método hidrotérmal.

ELEMENTO	M1	M2	M3	M4	M5	M6
	% Peso	% Peso	% Peso	% Peso	% Peso	% Peso
Zn	71.06	67.87	67.41	69.49	68.45	67.08
O	28.94	32.13	32.59	30.51	31.55	32.92
Total	100	100	100	100	100	100

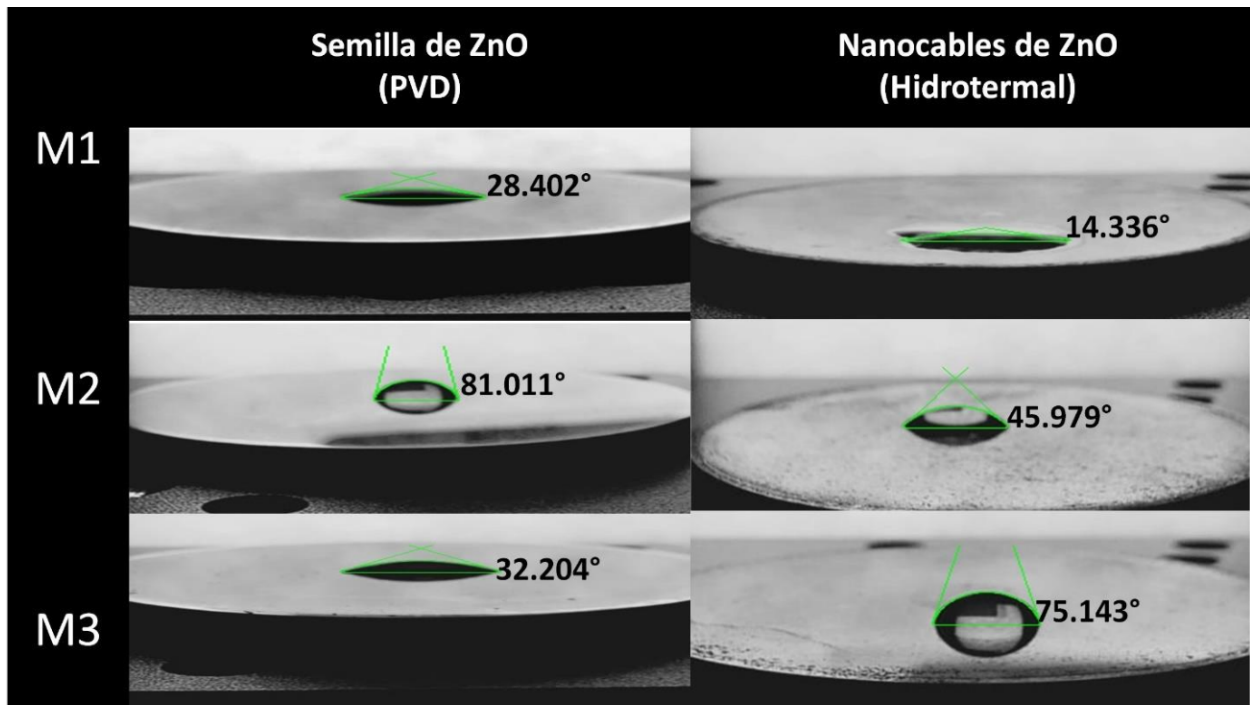


Figura 59 Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 5 segundos de método PVD y 4, 2 y 1 hora de hidrotermal.

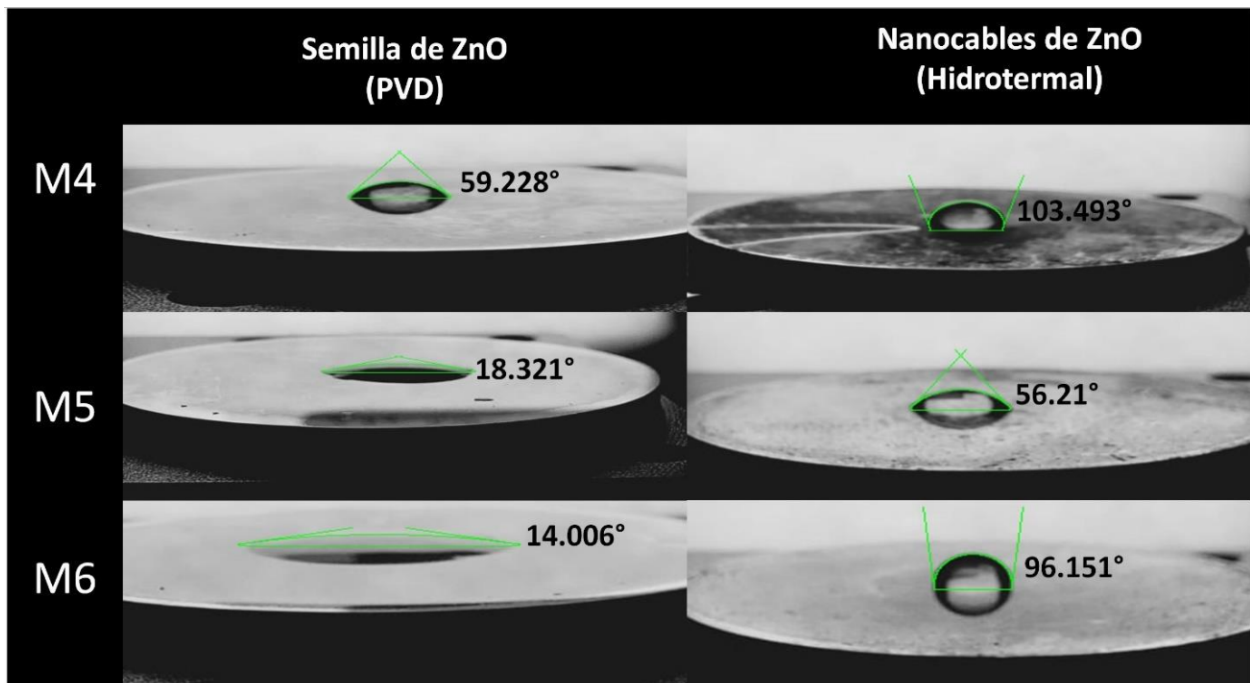


Figura 60 Medición de ángulo de contacto de las muestras procesadas a 1 segundos de método PVD y 4, 2 y 1 hora de hidrotermal.

La tabla 14 muestra los parámetros empleados en la medición del ángulo de contacto que permite manipular el software ImageJ, en la cual la letra “b” representa la abertura del ángulo la cual es ajustado a la gota puesta sobre la superficie, “x” y “y” se emplean para moverla abertura sobre los ejes, “h” es la altura que mide la altura de la gota.

Tabla 14 Parámetros empleados en la medición del ángulo de contacto.

Muestra	Proceso	Variable ImageJ					
		b	x	y	h	d	Ángulo de contacto
M1	PVD	108	208	345	13	2	28.402
	Hidrotermal	289	244	508	9	2	14.336
M2	PVD	32	226	322	27	2	81.011
	Hidrotermal	59	221	340	18	2	45.979
M3	PVD	104	209	327	16	2	32.204
	Hidrotermal	39	208	324	29	2	75.143
M4	PVD	43	207	301	21	2	59.228
	Hidrotermal	20	225	308	37	2	103.493
M5	PVD	217	255	354	11	2	18.321
	Hidrotermal	45	204	323	20	2	56.21
M6	PVD	370	173	340	11	2	14.006
	Hidrotermal	28	213	318	31	2	96.151



## **Productos generados.**

### **Artículos de divulgación científica**

#### **Primer autor**

Artículo de divulgación científica titulado: "Effect of deposition time on the zinc nanowires growth on steel substrates", Journal of Technological Development, ECORFAN MÉXICO-SPAIN, Vol. 6, No. 17 25-29. Junio 2022, DOI: 10.35429/JTD.2022.17.6.25.29"

Artículo de divulgación científica titulado: "Adhesion and wear study on 316L steel coated with titanium nitride by PVD", Journal of Technological Development, ECORFAN MÉXICO-BOLIVIA, Vol.9 No.25 8-11. December 2022, DOI: 10.35429/JTI.2022.25.9.8.11.

#### **Participaciones en congreso**

Participación en el primer Congreso Internacional de Investigación y Conformación de Redes de Investigación del TecNM con el cartel titulado "Pruebas de adhesión y desgaste en acero 316L recubierto de nitruro de titanio por PVD" 24 y 25 de octubre de 2022.

Participación en el VIII Simposio Nacional y 1era Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología en la modalidad cartel titulado "Evaluación del desgaste de un recubierto de Ti/TiN sobre un sustrato Ti6Al4V por medio de un pin polimérico.". 6-11 de noviembre de 2022.

Participación en el VIII Simposio Nacional y 1era Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología en la modalidad cartel titulado "Efecto de la deposición de semilla en el crecimiento de nanocables de óxido de Zinc en sustratos de acero.". 6-11 de noviembre de 2022.

## **Colaboraciones**

Proyecto financiado por el Tecnológico Nacional de México de la convocatoria 2022: Proyectos de Investigación Científica, Desarrollo Tecnológico e Innovación titulado “Modificación superficial de materiales por medio de nanoestructuras de ZnO obtenidas por PVD e hidrotérmico” 14301.22P Proyecto rf5kft (14301).

### **Colaboraciones con el grupo de trabajo de ingeniería de superficies**

#### **Artículos de divulgación científica**

Artículo de divulgación científica titulado: “Wear evaluation of a PVD Ti/TiN coating on Ti6Al4V alloy against a polymeric pin”, Journal of Scientific and Technical Applications, ECORFAN-ÉXICO-SPAIN, Vol.8 No.22 21-26, December 2022, DOI: 10.35429/JSTA.2022.22.8.21.26.

Artículo de divulgación científica titulado: “Effect of modification of zinc oxide nanostructures on contact angle”, Journal Article of Engineering Applications, ECORFAN-MÉXICO, HOLDING BOLIVIA, Vol.9 No.28 14-18, December 2022, DOI: 10.35429/JEA.2022.28.9.14.18.

Artículo de divulgación científica titulado: Characterization of the static contact angle of zinc oxide nanowires synthesized by hydrothermal method. Journal of Technological Operations, ECORFAN-MÉXICO TAIWAN, Vol.6 No.18 7-11, December 30, 2022. DOI: 10.35429/JTO.2022.18.6.7.11

#### **Participaciones en congreso**

Participación en el VIII Simposio Nacional y 1era Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología en la modalidad cartel titulado “Efecto de los parámetros de deposición en las películas delgadas de Ti/TiO<sub>2</sub> en acero 316L mediante PVD.” 6-11 de noviembre de 2022.

Participación en el VIII Simposio Nacional y 1era Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología en la modalidad cartel titulado “Nanocables de óxido de zinc: crecimiento vs tiempo”. 6-11 de noviembre de 2022.

Participación en el VIII Simposio Nacional y 1era Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología en la modalidad cartel titulado “Análisis tribológico de recubrimientos de TiN sobre acero para su posible aplicación como prótesis de codo”. 6-11 de noviembre de 2022.



# Certificate of Publication – Journal



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

CDMX, December - 2022

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

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

## PRESENT:

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

This article is classified in:

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

This research is published in:  
[https://www.ecorfan.org/spain/researchjournals/Desarrollo\\_Tecnologico/vol6num17/Journal\\_of\\_Technological\\_Development\\_V6\\_N17\\_4.pdf](https://www.ecorfan.org/spain/researchjournals/Desarrollo_Tecnologico/vol6num17/Journal_of_Technological_Development_V6_N17_4.pdf)

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

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

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

Regards.

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

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

[www.ecorfan.org](http://www.ecorfan.org)

### Holdings

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

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

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

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

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

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

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

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

**DOI:** 10.35429/JTD.2022.17.6.25.29

Received January 30, 2022; Accepted June 30, 2022

**Abstract**

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

**PVD, Zinc oxide, Hydrothermal method****Resumen**

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

**PVD, Óxido de zinc, Método hidrotermal**

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

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

† Researcher contributing first author.



## Introduction

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

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

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

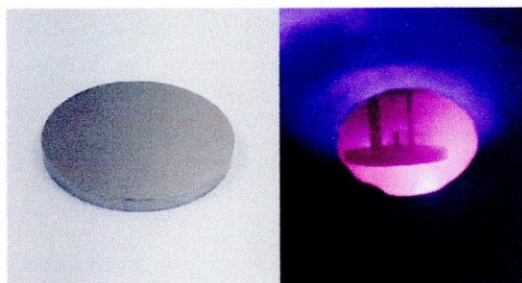
Additionally, among metal oxides, ZnO is relevant in various applications within the nanotechnology area due to its conductive and permeable properties [4]. The synthesis methods for these structures are simple and inexpensive, among them are inorganic reduction, chemical vapor deposition, green chemistry,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

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

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

## Methodology to be developed

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



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

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



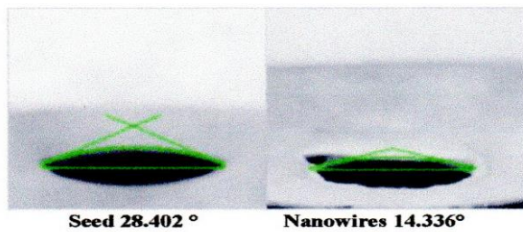
**Figure 2** Samples inside the furnace

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

## Results

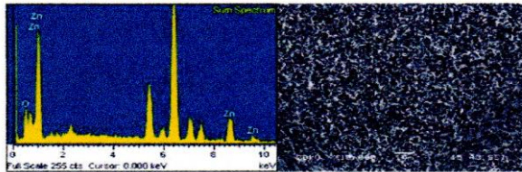
The characterization of the samples showed a change in the size of the structures as time passed, in addition to the change in their wettability. Figure 3 represents the sample with a seed of 5 seconds and 4 hours in the furnace. The contact angle decreased to approximately half the size compared to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





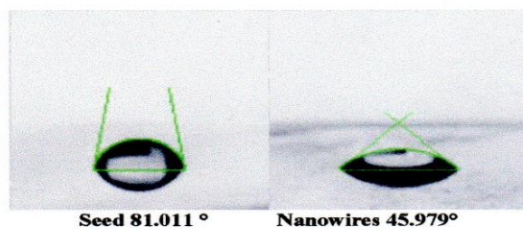
**Figure 3** Contact angles of the sample obtained with 5 seconds of seed deposition and 4 hours of the hydrothermal method

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



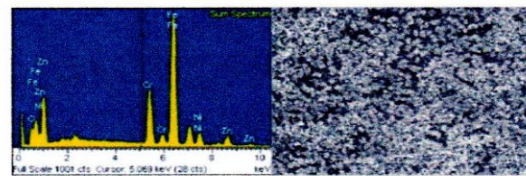
**Figure 4** EDS and SEM of the sample obtained with 5 seconds of seed and 4 hours of hydrothermal method

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



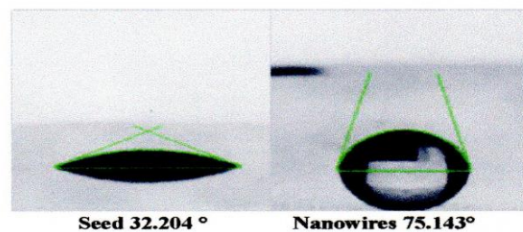
**Figure 5** Contact angles of the sample obtained with 5 seconds of seed deposition and 2 hours of the hydrothermal method

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



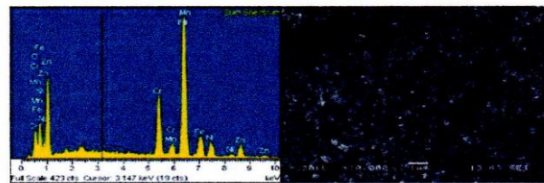
**Figure 6** EDS and SEM of the sample obtained with 5 seconds of seed and 2 hours of hydrothermal method

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



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

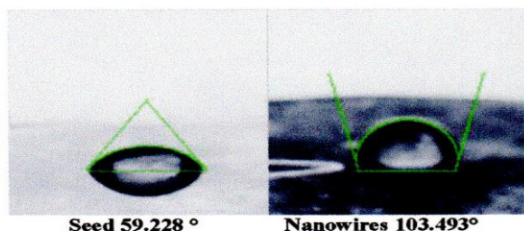
In the SEM image (figure 8), similarly to previous sample, can be observed more dispersed agglomerations on the surface. EDS analysis exhibits zinc and oxygen peaks at a lower intensity than those of previous samples.



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

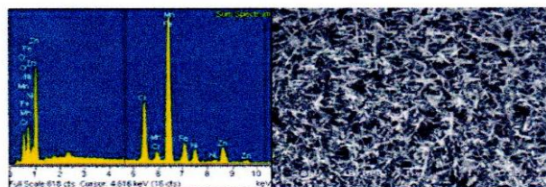
The samples with 1 second of deposition had a different behavior to those of 5 seconds since, in all of them, the angle increased with respect to that of the seed.





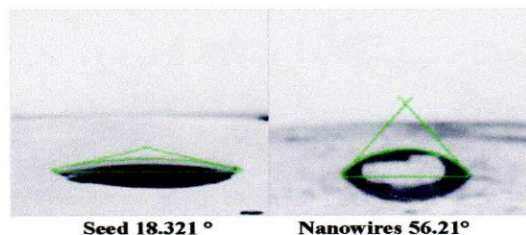
**Figure 9** Contact angles of the sample 1 second of seed deposition and 4 hours of the hydrothermal method

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



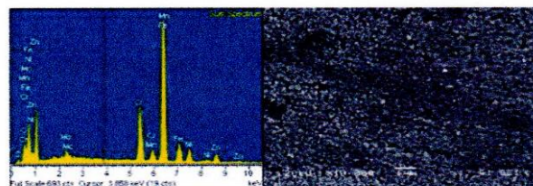
**Figure 10** EDS and SEM of the sample obtained with 1 second of seed and 4 hours of hydrothermal method

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



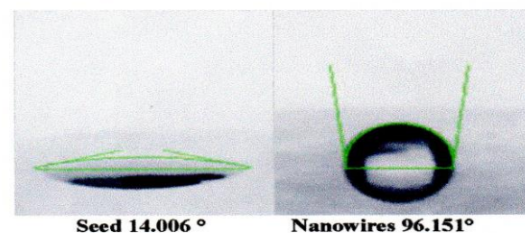
**Figure 11** Contact angles of the sample obtained with 1 second seed deposition and 2 hours hydrothermal method

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



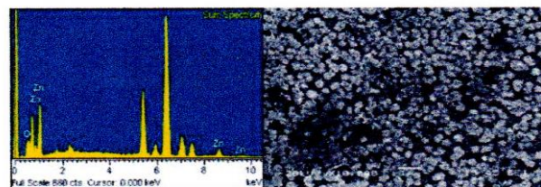
**Figure 12** EDS and SEM of the sample obtained with 1 second of seed and 2 hours of hydrothermal method

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



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

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



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

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

**Acknowledgements**

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

**Conclusions**

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

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

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

**References**

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





# Certificate of Publication – Journal



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

CDMX, October - 2022

**ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián**

CVU CONACYT ID: 1107452

**GÓMEZ-VARGAS, Oscar Armando**

ORC ID: 0000-0003-3310-6605

**VEGA-MORON, Roberto Carlos**

ORC ID: 0000-0003-4772-7904

**MELO-MAXIMO, Dulce Viridiana**

ORC ID: 0000-0001-7488-7677

**Tecnológico Nacional de México**

## PRESENT:

We are pleased to inform you that your article “Adhesion and wear study on 316L steel coated with titanium nitride by PVD” with keywords “TiN, Steel 316L, Tribology, PVD”. Has been published on pages 8-11, in “Journal of Technology and Innovation”, *V-9 N-25*, with ISSN: 2410-3993. Journal edited by ECORFAN-Mexico, S.C. Holding Bolivia. (2022) and DOI: 10.35429/JTI.2022.25.9.8.11.

This article is classified in:

Area: Engineering

Field: Technological sciences

Discipline: Material technology

Subdiscipline: Properties of materials

This research is published in:

[http://www.ecorfan.org/bolivia/researchjournals/Tecnologia\\_e\\_innovacion/vol9num25/Journal\\_of\\_Technology\\_and\\_Innovation\\_V9\\_N25\\_2.pdf](http://www.ecorfan.org/bolivia/researchjournals/Tecnologia_e_innovacion/vol9num25/Journal_of_Technology_and_Innovation_V9_N25_2.pdf)

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

LATINDEX (Scientific Journals of Latin America, Spain and Portugal)

RESEARCH GATE (Germany)

GOOGLE SCHOLAR (Citation indexes-Google)

REDIB (Iberoamerican Network of Innovation and Scientific Knowledge- CSIC)

MENDELEY (Bibliographic Reference Manager)

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

Regards.

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

ECORFAN-México, S.C.  
143 – 50 Itzopan Street  
La Florida, Ecatepec Municipality  
Mexico State, 55120 Zipcode  
Phone: +52 | 55 6159 2296  
Skype: ecorfan-mexico.s.c.  
E-mail: [contacto@ecorfan.org](mailto:contacto@ecorfan.org)  
Facebook: [ECORFAN-Mexico S.C.](https://www.facebook.com/ECORFAN-Mexico-S-C)  
Twitter: [@EcorfanC](https://twitter.com/EcorfanC)

[www.ecorfan.org](http://www.ecorfan.org)

## Holdings

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

**Adhesion and wear study on 316L steel coated with titanium nitride by PVD****Estudio de adhesión y desgaste en acero 316L recubierto con nitruro de titanio por PVD**

ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián†, GÓMEZ-VARGAS, Oscar Armando, VEGA-MORON, Roberto Carlos and MELO-MAXIMO, Dulce Viridiana\*

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

ID 1<sup>st</sup> Author: *Fortino Fabián, Estrada-Martínez* / **CVU CONACYT ID:** 1107452

ID 1<sup>st</sup> Co-author: *Oscar Armando, Gómez-Vargas* / **ORC ID:** 0000-0003-3310-6605, **CVU CONACYT ID:** 229092

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

ID 3<sup>rd</sup> Co-author: *Dulce Viridiana, Melo-Maximo* / **ORC ID:** 0000-0001-7488-7677, **CVU CONACYT ID:** 170068

**DOI:** 10.35429/JTI.2022.25.9.8.11

Received July 15, 2022; Accepted December 30, 2022

**Abstract**

The AISI 316L steel is a material used to manufacture prostheses and medical instruments due to its high corrosion resistance. However, its wear resistance is low, but it can be improved by synthesizing thin films of titanium nitride (TiN) on the surface. This compound is a hard material that improves its tribological and corrosive properties, in addition to presenting good adhesion to the substrate. In this work, a Ti/TiN thin film was obtained using the Physical Vapor Deposition (PVD) technique. This coating was characterized by scanning electron microscopy, energy dispersion spectroscopy (EDS), and light microscopy; additionally, tribological tests under wet conditions and adhesion tests were conducted. The coating showed good adhesion to the substrate according to the VDI standard. In tribological tests, a low coefficient of friction vs. a polyethylene pin in a wet environment (bovine serum) was obtained. The EDS showed a high concentration of Ti and N on the substrate even after wear tests.

**TiN, Steel 316L, Tribology, PVD****Resumen**

El acero AISI 316L es un material empleado para la fabricación de prótesis e instrumental médico por su alta resistencia a la corrosión. Pero debido a sus propiedades tribológicas son deficientes, puede ser mejorado superficialmente sintetizando películas delgadas de nitruro de titanio (TiN). Este compuesto es un material duro que permite mejorar sus propiedades tribológicas y corrosivas, y presenta buena adherencia al sustrato. En este trabajo se obtuvo una película delgada de Ti/TiN mediante la técnica de Deposición Física fase Vapor (PVD). Este recubrimiento se caracterizó mediante microscopía electrónica de barrido, análisis de dispersión de energía (EDS), microscopía óptica; además, se realizaron pruebas tribológicas en vía húmeda y pruebas de adherencia. El recubrimiento mostró buena adherencia de acuerdo con la norma VDI. En cuanto a las pruebas tribológicas, se observó un bajo coeficiente de fricción vs un pin de polietileno en vía húmedo (suero de bovino), el EDS mostró una alta concentración de Ti y N sobre el sustrato, aun después de las pruebas de desgaste.

**TiN, Acero 316L, Tribología, PVD**

**Citation:** ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián, GÓMEZ-VARGAS, Oscar Armando, VEGA-MORON, Roberto Carlos and MELO-MAXIMO, Dulce Viridiana. Adhesion and wear study on 316L steel coated with titanium nitride by PVD. Journal of Technology and Innovation. 2022. 9-25:8-11.

\* Correspondence of the Author (Email: virimelo@tec.mx)

† Researcher contributing as first author.

## Introduction

The physical vapor deposition (PVD) process is a vaporization coating technique that transfers material at the atomic level, the element of interest to be deposited is evaporated in the vapor phase by physical methods. The process occurs in a controlled atmosphere that uses inert gas to transport; evaporated material settles on the substrate, forming a thin film as it condenses [1].

The PVD process fabricates thin films [2] and nanomaterials [3]. The process improves the properties of the substrate, which can be made of different types of inorganic materials and some organic materials; it is a process that does not generate pollutants, unlike others. Smooth surfaces can be manufactured at low temperatures, obtaining excellent mechanical, tribological, and adhesion properties [3].

On the other hand, it is known that metallic components fail by wear and corrosion, the latter due to the environment in which they are found; these factors decrease their lifetime and functionality. This problem can be reduced considerably by adding elements on the surface of metallic materials, such as titanium nitrides [4].

Titanium nitride has diverse properties according to its composition and crystalline structure, which depend on the growth characteristics controlled by deposition parameters [5].

## Methodology

AISI 316L steel was used, and the samples were prepared with SiC sandpaper and diamond paste to obtain a mirror finish. The physical vapor deposition (PVD) process began with an ionic cleaning with argon for 3 minutes; subsequently, an adhesion layer of Ti was generated for 5 minutes. Next, a TiN coating was synthesized using a 99.999% pure titanium target and a constant flow of nitrogen in a controlled atmosphere. The reactive process lasted 30 minutes.

## Results

Thin Ti/TiN films were deposited on a 316L steel substrate using the PVD technique (Fig. 1); the samples were characterized by scanning electron microscopy, optical microscopy, and tribological and adhesion tests.

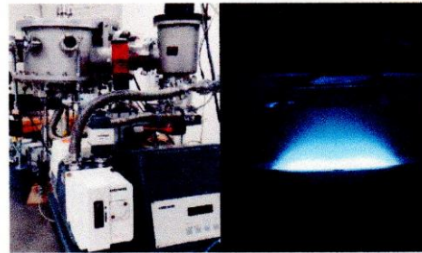


Figure 1 Equipment and PVD process on 316L steel [6]

Fig. 2 presents the EDS analysis of the substrate with and without coating. It can be observed that the presence of the alloying elements of 316L steel and Ti and N is attributed to the coating.

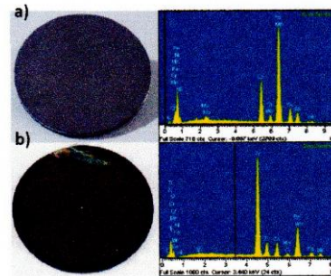


Figure 2 Energy dispersion analysis of the substrate before (a) and after coating (Ti/TiN) (b)

The adhesion test of the Ti/TiN coating was evaluated using the VDI 3198 standard (Fig. 3) [7], a Rockwell C indentation with a load of 150 kg (1471 N) was performed, the indentation footprint was compared with a reference failure map. The results indicated that the Ti/TiN coating presented an acceptable adhesion since it does not present critical fractures at the edges of the indentation (Fig. 4).



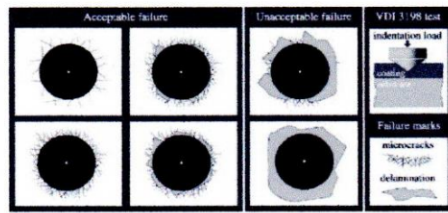


Figure 3 VDI 3198 Indentation Test Principle [7]



Figure 4 Ti/TiN coating adhesion test

The wear tests were conducted under wet conditions (bovine serum) against a polyethylene pin, with a total distance of 200 m and a load of 5 N. This test was performed on a coated and uncoated 316L steel substrate. The coefficient of friction obtained during the wear test showed a higher value at the beginning, then decreasing over time and finally reaching steady state. The lowest coefficient of friction was obtained on the Ti/TiN coated substrate. In addition, the uncoated substrate shows deeper wear marks compared to the coated sample (Fig. 5).

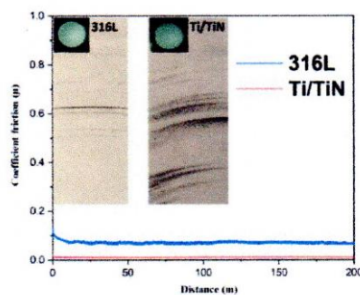


Figure 5 Wear test results.

Fig. 6 shows the EDS results of uncoated sample, it shows the concentration of Fe, Ni and Cr.

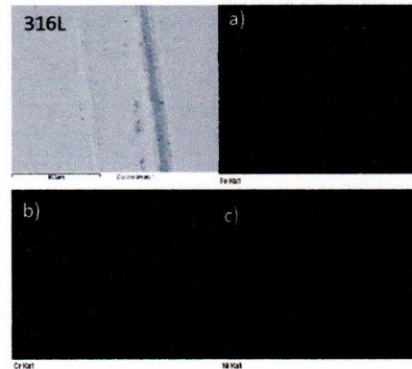


Figure 6 Analysis of elements of the uncoated 316L sample a) iron, b) chromium, c) nickel

Fig. 7 shows the concentration of Ti and N in the coated substrate after the wear test, confirming the presence of titanium nitride.

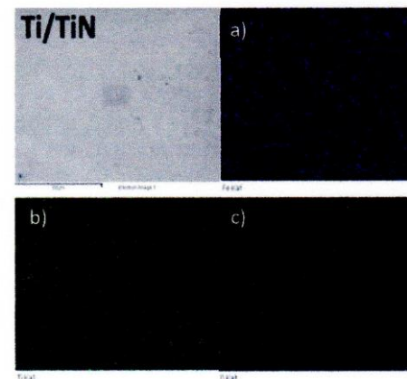


Figure 7 Analysis of elements of the 316L sample coated with Ti/Ti. a) iron, b) titanium, c) oxygen

**Acknowledgment**

The authors acknowledge CONACyT for the national scholarships granted, Tecnológico Nacional de México Campus Tlalnepanla and Tecnológico de Monterrey Campus Estado de México for the considerations provided at surface engineering laboratory.

**Financing**

CONACYT National Scholarship Program number 803303.

### Conclusions

According to the results obtained during the synthesis and characterization of Ti/TiN thin films, obtained through the PVD process on a 316L steel, the tribological properties of the substrate were improved, this can correlate with an increase in the lifetime of mechanical elements. The Ti/TiN coating presented a lower coefficient of friction in wet conditions than uncoated substrate. The adhesion tests revealed a good adhesion to the substrate, no catastrophic detachment of the coating was observed when the indentation footprints were compared to the failure map of VDI 3198 standard.

### References

- [1] A. V. Rane, K. Kanny, V. K. Abitha, and S. Thomas. (2018). Chapter 5- Methodos for synthesis of nanoparticles and fabrication of nanocomposites. En A. V. Rane, *Synthesis of Inorganic nanomaterials* (págs. 121-139). Woodhead Publishing. doi: 10.1016/B978-0-08-101975-7.00005-1.  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081019757000051?via%3Dihub>
- [2] Sáenz Muñoz, Á. (2022). Desarrollo y puesta a punto de ensayos de corrosión específicos para aleaciones de MG de uso biomédico [Tesis de licenciatura, Universidad Pública de Navarra]. URI  
<https://hdl.handle.net/2454/43527>
- [3] G. Faraji, H. S. Kim, and H. T. Kashi. (2018). Severe Plastic Deformation. *Elsevier*, 1-17. ISBN 0128135670, 9780128135679.  
[https://books.google.com.mx/books?id=yQpkDwAAQBAJ&pg=PA1&dq=Introduction,+in+Severe+Plastic+Deformation+G.+Faraji&lr=&hl=es&source=gbs\\_toc\\_r&cad=3#v=onepage&q=Introduction%2C%20in%20Severe%20Plastic%20Deformation%20G.%20Faraji&f=false](https://books.google.com.mx/books?id=yQpkDwAAQBAJ&pg=PA1&dq=Introduction,+in+Severe+Plastic+Deformation+G.+Faraji&lr=&hl=es&source=gbs_toc_r&cad=3#v=onepage&q=Introduction%2C%20in%20Severe%20Plastic%20Deformation%20G.%20Faraji&f=false)
- [4] A.S.H.Makhlouf. (2011). 1 - Current and advanced coating technologies for industrial applications. *Nanocoatings and Ultra-Thin Films Technologies and Applications*, 3-23. doi: 10.1533/9780857094902.1.3.  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781845698126500014?via%3Dihub>
- [5] Eleonora Santecchia, A.M.S. Hamouda, Farayi Musharavati, Erfan Zalnezhad, Marcello Cabibbo, Stefano Spigarelli. (2015). Wear resistance investigation of titanium nitride-based coatings. *Ceramics International*, 41(9), 10349-10379. doi: 10.1016/j.ceramint.2015.04.152.  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884215009116?via%3Dihub>
- [6] Silvio José Gobbi, Vagner João Gobbi, Gustavo Reinke and Ynglid Rocha. (2019). Orthopedic Implants: Coating with TiN. *Biomedical Journal of Scientific and Technical Research*, 1-3. doi:10.26717/BJSTR.2019.16.002786.  
<https://biomedres.us/fulltexts/BJSTR.MS.ID.002786.php>
- [7] J.Acosta, A.Rojo, O.Salas and J.Oseguera. (2007). Process monitoring during AlN deposition by reactive magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 7992-7999. doi: 10.1016/j.surfcoat.2007.03.048.  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0257897207003623>
- [8] N. Vidakis, A. Antoniadis and N. Bilalis. (2003). The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. *Journal of Materials Processing Technology*, 481-485. doi:10.1016/S0924-0136(03)00300-5.  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0924013603003005>



# INFORME TÉCNICO FINAL PARA PROYECTOS FINANCIADOS POR EL Proyecto: r5kñ (14301) TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO

## I. Identificación del Proyecto

Institución:

Instituto Tecnológico de Tlalnepantla

Responsable Técnico del Proyecto:

GÓMEZ-VARGAS, OSCAR ARMANDO

Clave del proyecto: 14301.22-P

Título del proyecto: Estudio de la cinética de crecimiento de las capas boruradas FeB/Fe<sub>2</sub>B a través de una red artificial neurodifusa, y expuestos a medios ácidos y alcalinos, sobre la superficie de aceros de alta aleación, utilizando nanotecnología para su caracterización.

Tipo de investigación: Desarrollo Tecnológico

Duración del proyecto: 12 meses

Fecha de inicio del proyecto: 01 de enero del 2022

Fecha de término del proyecto: 31 de diciembre del 2022

## II. Resultados

### 1. Resumen del proyecto

#### Introducción

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

Actualmente vivimos un avance tecnológico de forma sorprendente, cada vez hay nuevas tecnologías y nuevos caminos para obtener los requerimientos necesarios, ya sea en nuestra vida diaria, nuestra vida profesional y en nuestra vida laboral. Es por eso que las exigencias tecnológicas en los procesos de manufactura ponen de manifiesto que debemos de seguir innovando no solo en los productos finales, sino en los procesos de fabricación. Para estas exigencias tecnológicas se requieren también materiales con características finales de mayor rendimiento y además los herramientas utilizados para muchos de estos procesos requieren de características inmejorables o de mayor tiempo de vida útil. Es por eso que nos enfocamos sobre materiales utilizados altamente en la industria automotriz, aeroespacial y metal-mecánica. Estos materiales a los que hacemos referencia están expuestos a desgaste y es por eso que en la línea de ingeniería de superficies nos hemos dado a la tarea de mejorar esa resistencia a través de diferentes tipos de recubrimientos ya sea por tratamientos termoquímicos o por deposición sobre la superficie de un material metálico. Estos tratamientos o procesos superficiales tienen por objetivo el endurecimiento superficial y por consecuencia el aumento en la resistencia al desgaste, conservando la tenacidad y en algunos casos la ductilidad a radio medio. En México en estos últimos 5 años se ha reforzado la investigación básica así como la investigación aplicada en superficies que están en contacto ya sea en materiales ferrosos y no ferrosos. Esto ha generado un impacto en los tratamientos superficiales hablando no solo de México, sino a nivel mundial. Esto se ve reflejado en la creación de nuevas industrias y de centros de investigación tecnológicos que están tratando de cubrir las necesidades del mercado. Como ya se mencionó anteriormente los sectores manufacturero, automotriz, mecánico, energético, aeronáutico, químico y bioquímico son los más beneficiados así como algunos otros de manera indirecta. Por otro lado, el iniciar con la introducción de la inteligencia artificial en estos procesos son los pasos iniciales para de alguna manera mejorar los procesos. La caracterización siempre es de suma importancia para evaluar los avances o cumplimiento de los objetivos, además, utilizando tecnología de punta es como podemos obtener mejores resultados los cuales pueden ser comparados a través de diversos medios.

2023-01-24 14:40:32 (ZC:CDMX) Pág. 1

## Objetivos

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

Se cumplieron los objetivos planteados al 100%. El proyecto su finalidad es la continuidad de los trabajos que se realizan en la línea de investigación de Ingeniería de Superficies del área de Posgrado y que esta considerada en el PNPC de Conacyt.

De forma superficial endurecer un acero alta aleación (en este caso fue un acero H13 para trabajo en caliente) a través de una capa constituida principalmente por boro formándose las fases FeB y Fe<sub>2</sub>B.

Caracterizar las capas obtenidas mediante los siguientes equipos: nanodurometro, microscopio electrónico de barrido, tribómetro.

Medir la resistencia a la corrosión en diferentes ambientes ácidos y alcalinos sobre la capa formada.

Validar los espesores obtenidos mediante una red artificial neurodifusa, mediante la comparación de los espesores de capa para optimizar el proceso.

Los puntos anteriores dan para dar continuidad al proyecto.

## Metas

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

Los objetivos anteriores nos ayudaron a cumplir con las metas a las que nos habíamos comprometido, tal es el caso de que se obtuvieron:

1 Tesis de licenciatura

1 Tesis de Maestría

1 Residencia

1 Artículo

## Desarrollo y resultados del proyecto

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

El tratamiento termoquímico relativamente es innovador utilizado en aceros principalmente y aleaciones no ferrosas lo que provoca que se modifiquen las propiedades mecánicas, químicas y físicas en la superficie del sustrato, en este caso del acero, por la difusión de boro y la generación de una capa de boruros (FeB/Fe<sub>2</sub>B). Las nuevas tecnologías de tratamientos térmicos y termoquímicos, están en constante innovación, y puede ser favorable su implementación industrial con nuevos beneficios técnicos, ecológicos y económicos. De acuerdo con los objetivos generales, particulares y las metas planteadas, en el presente proyecto se realizó en varias etapas, las cuales se muestran a continuación. En la Figura 1.1 se muestra un esquema de la metodología. La etapa Etapa 1 · Estudio y selección del material utilizado considerando los elementos de aleación presentes y la disponibilidad en el mercado, así como la aplicación en la industria. El Boro (B4C) se encuentra en el mercado en condición de "pasta" y en "polvo". Etapa 2 · La aplicación del tratamiento termoquímico de borurización, fue con tiempos de tratamiento de (2, 4, 6, y 8 h) y temperatura de tratamiento (1123, 1173, 1223 y 1273 K), los cuales vimos que inciden drásticamente en la formación de boruros de hierro sobre la superficie del sustrato. · Se Prepararon las probetas para su metalografía y se utilizaron varios tipos de acero, las probetas endurecidas se montaron en dispositivos especiales. Las muestras boruradas se les aplicó un ataque químico para revelar la microestructura incluyendo defectos y fases presentes. · La Caracterización físico-química de las capas fue mediante varias técnicas con el propósito de verificar la presencia de las capas (FeB/Fe<sub>2</sub>B) formadas sobre la superficie del acero endurecido. · Se obtuvo la Medición de la profundidad de los frentes de crecimiento de las capas boruradas formadas en la superficie, para diferentes tiempos y temperaturas de tratamiento, empleando la técnica de Microscopía Óptica de Barrido (SEM por sus siglas en inglés). · La Determinación de las pendientes de crecimiento fue a partir del gráfico del espesor al cuadrado de la capa borurada en contra del tiempo de tratamiento (v2 vs. t). Ver figura 2.1.1 · La Validación de ambos modelos de la cinética de crecimiento de la capa borurada en un acero fue comparándolos contra resultados experimentales, para optimizar y automatizar el proceso termoquímico. · Se realizaron pruebas de adherencia de capa superficial con un durómetro Rockwell-C, para hacer una evaluación cualitativa de la capa en base a la norma VDI 3198. · Se realizaron pruebas de rayado (Scratch test) bajo la norma ASTM G171-03 con un equipo CSM tribometer, que determina la fuerza de adhesión y los mecanismos de falla de los recubrimientos cerámicos sobre el metal base. Este tipo de ensayos son comúnmente utilizados para determinar la





resistencia al desgaste y protección contra la corrosión. Se llevaron a cabo pruebas de desgaste (Pin on disc) bajo la norma ASTM G-99 con un equipo CSM tribometer, que permite determinar el coeficiente de fricción y posteriormente con ayuda de la microscopía electrónica de barrido identificar el mecanismo de desgaste. - Se llevaron a cabo pruebas de Nanodureza para determinar el Modulo de Elasticidad. Etapa 3 · Se fue alimentando una red artificial neurodifusa para realizar una simulación en. Ver figura 3.1. El propósito es poder determinar y predecir los espesores de capa a través de la introducción de datos de temperatura y tiempo de exposición.

**Conclusiones/Observaciones**

Contiene comentarios al respecto del proyecto desarrollado.

Los objetivos y metas propuestas se cumplieron, pero cabe señalar que fue un año complicado por la pospandemia en donde muchas de las veces no fue posible tener acceso total al instituto y a los laboratorios. Debemos añadir que se tuvieron muchos contratiempos en la administración del proyecto, a la fecha no hemos recibido todos los consumibles solicitados o más bien, solo hemos recibido el 20%. Sin embargo, no podemos dejar de trabajar por lo apremiante de los tiempos. El trabajo que se desarrolla en la línea de investigación permitió que se pudiera concluir con el mismo. En algunos casos fue necesario modificar ligeramente los títulos y los objetivos específicos de algunos de los trabajos pero manteniendo la calidad y el nivel de los mismos. Tan es así que se tienen tres (3) artículos JCR que también van a ser utilizados para la evaluación de doctores adscritos al Sistema Nacional de Investigadores (SNI) y que tambien los alumnos de maestría fueron incluidos en un artículo JCR y otro alumno en un artículo Latindex. Es importante señalar que para la parte administrativa en cuanto a las titulaciones de los alumnos, tanto de Maestría como de Licenciatura hay una problemática debido al retraso que tiene control escolar por el trabajo acumulado debido a la pandemia. Sin embargo, se obtuvieron muy buenos resultados y muy buenos avances para seguir trabajando y darle continuidad al apoyo de alumnos para que se puedan graduar, además de poder interactuar con otras líneas de investigación.

**2. Objetivo del proyecto**

**Grado de cumplimiento del objetivo propuesto: 100% Completamente**

Se propuso realizar tratamientos termoquímicos de borurado para optimizar la superficie de un acero en específico. Se realizó la búsqueda y revisión bibliográfica de los temas propuestos. Se utilizaron varios tipos de acero como el AISI H13, M2, A1011 y los avances y resultados fueron canalizados dependiendo del trabajo como un artículo o trabajo de tesis. La mayoría de la caracterización se llevó a cabo en el laboratorio de materiales de posgrado. Se realizaron algunas pruebas de corrosión, sin embargo, no se han terminado todas debido a lo extenso en tiempo de las pruebas. Sin embargo, las metas comprometidas se cumplieron al cien por ciento.

**3. Metas**

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

**Cumplimiento de metas**

Metas cuantificable	Cantidad programada	Cantidad lograda	Observaciones
Tesis concluidas de Licenciatura	0	3	Nahum Felix Camacho. M13250042. Generar una capa base FeB-Fe2B-TiN sobre la superficie de un material metálico, para caracterizarlo y determinar algunas de sus propiedades mecánicas. Es de interés en esta investigación conocer el comportamiento tribológico de la capa borurada incluyendo un proceso posterior de deposición de una capa delgada de nitruro de titanio para mitigar la fragilidad y las variaciones en micro dureza de la capa previa. De igual manera se requiere encontrar las variables o condiciones adecuadas para determinar los parámetros necesarios para reproducir ambos procesos. La investigación con la combinación de estos recubrimientos, en esta parte está poco estudiado e investigado en lo que respecta al comportamiento mecánico y tribológico.

2023-01-24 14:40:32 (Z:CDMX) Pág. 3

Metas cuantificable	Cantidad programada	Cantidad lograda	Observaciones
Proyecto: r151 (14301)  Tesis en desarrollo de Licenciatura	1	0	Jaime Rodríguez Rodríguez. M14251337. Usando caracterización nanotecnológica se evaluará una capa multicomponental para un acero aleado. Es necesario el mejoramiento sustancial de la superficie de cualquier acero aleado que esté sometido a un desgaste severo producto del contacto entre el material de trabajo. En el caso específico del presente trabajo, se utiliza un acero para "trabajo en caliente" del tipo AISI 11-13. Este tipo de aceros están expuesto a un desgaste excesivo debido a que se utiliza en muchos de los casos para fabricar dados de extrusión de aluminio y latón o para moldes de plástico, por lo que están expuestos a temperaturas elevadas de trabajo y tiene una alta resistencia a la fatiga térmica. Es necesario incrementar la resistencia al desgaste en las zonas de trabajo a través de la formación de una capa multicomponental como la que se propone en el presente trabajo.

4

81

*[Handwritten signatures and marks]*

*[Handwritten signature]*



Metas cuantificable	Cantidad programada	Cantidad lograda	Observaciones
Proyecto: r5k1 (14301)			<p>Cesar Ivan Carranza-Vargas. M15250668. Pruebas de desgaste unidireccional en un acero H13 previamente borurado en ambiente seco.  In this present research work, samples of AISI H13 steel were prepared, the samples were subjected to a thermochemical boridization treatment using the powder box boriding technique, this process was carried out in a conventional oven.  By generating borided layers on the surface of AISI H13 steel with a good morphology in the samples, they were subjected to wear tests with a "pin on disc" tribometer in a dry environment with different parameters, that is, with different loads and constant distance, the volume removed after the test could be studied with the help of the interferometer, the values of the modulus of elasticity of the layers obtained were analyzed by means of the nanoindenter. Information obtained was collected and analyzed using reward software.  Through the mechanical characterization, the behavior of the substrate and the unidirectional sliding wear without lubricant can be evaluated.  Este alumno participó en el artículo JCR. doi:10.1017/S1431927622004421.</p> <p>Fabian Estrada-Martinez. M21254102. Modificación superficial de materiales por medio de nanoestructuras de ZnO obtenidas por PVD e hidrotérmico.  En la industria biomédica existen materiales que son utilizados en prótesis e implantes como el acero 316L, CoCrMo o Ti6Al4V. Aun siendo materiales biocompatibles presentan en algunos pacientes rechazo por la proliferación de bacterias en la zona del implante, lo que hace necesario la búsqueda de alternativas que permitan un mejor desempeño de estos. El desarrollo de recubrimientos presenta la ventaja de mejorar el comportamiento de este tipo de aleaciones en un sistema real. De acuerdo con el Instituto Mexicano del Seguro Social (IMSS), 8 de cada 10 adultos mayores de 60 años sólo tienen 10 piezas dentales. La prótesis removible de resina es un aparato protésico que se coloca a nivel de la cavidad oral con el fin de restituir las piezas dentarias naturales perdidas por diversas causas como: traumatismos, caries y enfermedad periodontal. Una de las problemáticas que más aqueja a la población es la proliferación de bacterias en dichas prótesis. Se han realizado estudios que demuestran que empleando un recubrimiento de óxido de zinc (ZnO) nanoestructurado se puede reducir en un gran porcentaje el crecimiento de bacterias, gracias a su efectividad en la inhibición antibacteriana. En el presente trabajo se pretenden modificar superficies produciendo películas de ZnO nanoestructuradas con diferentes morfologías obtenidas por método de PVD e Hidrotérmico, modificando las variables de proceso con el fin de obtener una superficie que inhiba el crecimiento de bacterias, que puede proponerse como solución a las enfermedades bucales provocadas por prótesis dentales. Este alumno realizó artículo Latindex, DOI: 10.35429/JTL.2022.25.9.8.11.</p> <p>Manuel Eduardo Mora Soto. M04250145. Simulador de vuelo para cuadrotoros en Unity 3D.  The use of Unmanned Aerial Vehicles (UAVs) grows every day, providing support to humans in the performance of numerous activities. UAVs must be remotely controlled by a human operator for many of these activities. These operators require extensive training to learn to control UAV movements effectively. However, this training is expensive and risky in the real world. Fortunately, simulators are computational tools to help it cope with the above difficulties. Unfortunately, many existing simulators today lack realism, do not provide intuitive feedback on flight information, and their interaction with the human pilot is sometimes unnatural. This thesis work proposes a methodology for developing UAV simulators that address the aforementioned problems, focusing on the quadrotor. In this methodology, a precise UAV model is designed to carry out its dynamic simulation subsequently. The information from the dynamic simulation is then combined with virtual reality technology to manipulate the elements of a 3D virtual world implemented with Unity 3D. Afterward, the interaction between the quadrotor in the virtual world and the human operator is enabled employing a teleoperation algorithm that uses an input device for video games. Finally, the teleoperation algorithm is adjusted with the flight information of a real quadrotor to replicate, as far as possible, reality. The results show that the simulator developed in this work can accurately represent the behavior of a real quadrotor. También realizó artículo JCR, <a href="https://doi.org/10.3390/app112412018">https://doi.org/10.3390/app112412018</a></p>
Tesis concluidas de Maestria	1	3	
2023-01-24 14:40:32 (Z:CDMX) Pág. 5			

Metas cuantificable	Cantidad programada	Cantidad lograda	Observaciones
Proyecto: r15k1 (14301)	1	0	<p>Sandra Izel Martínez Islas. M13253088. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE UN RECUBRIMIENTO MULTICOMPONENCIAL SOBRE LA SUPERFICIE DE UN ACERO RÁPIDO.</p> <p>El proceso de recubrimiento multicomponencial se utiliza para modificar las propiedades de la superficie de un material metálico con la intención de incrementar la resistencia al desgaste principalmente y a otras propiedades mecánicas, físicas y químicas. La formación de una capa multicomponencial, tiene que ser por etapas debido a cada uno de los dos procesos (borurado y capa delgada de nitruro de titanio). La velocidad de crecimiento y el proceso de formación de dichas capas representa uno de los objetivos principales del presente trabajo y marca un camino a trazar para su caracterización mecánica. Por otro lado, es importante seleccionar un material que esté sometido a altas concentraciones de esfuerzos como lo son los aceros rápidos de uso común, o aquellos utilizados en la industria dedicada a la elaboración de herramientas. Referente a la formación del recubrimiento multicomponencial se han realizado numerosos trabajos que han ayudado a entender mejor los procesos y a su caracterización mecánica principalmente. Sin embargo, hasta el día de hoy es de suma importancia seguir desarrollando estudios sobre los modelos y procesos que mejor se adapten para lograr una mejora sobre el proceso. Los recubrimientos multicomponenciales base Boro-TiN, no se han estudiado ampliamente en la superficie de los aceros rápidos y la caracterización mecánica y la experimentación sobre la formación de las capas sobre la superficie siguen siendo de interés científico sobre todo en aplicaciones de la rama ingenieril y en diversos ambientes.</p>

Handwritten signatures and marks in blue ink, including a large signature at the top right and several smaller marks below it.



Metas cuantificable	Cantidad programada	Cantidad lograda	Observaciones
Proyecto: rf5k1 (14301)			<p>Microstructural and mechanical properties of borided ASTM A709 steel by powder-pack boriding. doi:10.1017/S1431927622004421</p> <p>Hard coatings and thin films are widely spread as a surface engineering technique for improving the wear resistance of tools and components. The wide applicability range of these coatings requires them often to operate in corrosive environments, such as in marine, biomedical, or oil and gas applications. As a consequence, the simultaneous action of mechanical wear with corrosion can significantly accelerate the surface degradation of the coatings, ultimately leading to failure. Surface hardening treatments used in the metal-mechanic industry generally fall into two categories, diffusion (carburizing, nitriding, boriding, and carbo-boro-nitriding) and overlay coating (PVD). The objective of this study was to analyze the microstructure of the Fe<sub>2</sub>B layers formed on an ASTM A709 steel and to study the wear properties of Fe<sub>2</sub>B layers. For tribological characterization, the Daimler-Benz Rockwell-C indentation technique was used to qualitatively assess the cohesion of boride layers on ASTM A709 steel.</p> <p>Core shell structures in comparative study on the composition x=0.01 prepared by the barium titanate route and solid-state route. doi:10.1017/S1431927622011990</p> <p>Barium titanate (BaTiO<sub>3</sub>) is known that the addition of small amount of Nb<sup>5+</sup> has significant effects on the bulk electrical properties and widespread applications. At room temperature has a tetragonal perovskite structure, during sintering it transforms to the cubic paraelectric state and undoped BaTiO<sub>3</sub> is electrically insulating, but oxygen deficiency can occur at high temperatures (&gt;1350°C) and or in reducing atmospheres. However, how Nb<sup>5+</sup> is distributed locally and its incorporation and diffusion in barium titanate and what structural variations it causes have not been studied in depth. There are several discrepancies in properties of Nb<sup>5+</sup> incorporation into BaTiO<sub>3</sub> and have been reported in literature, these complications appears to consists in a slow rate of Nb<sup>5+</sup> incorporation into the BaTiO<sub>3</sub> lattice and also a narrow temperature range at which the incorporation is effective. Diffuse phase transition (DPT) behavior was observed in BaTiO<sub>3</sub> samples with additions of Zr, Cd, Bi and Nb, the microstructure of these ceramic was characterized by a core-shell structure which featured a core and shell for ferroelectric and paraelectric phases respectively. It was suggested that the core and shell are not different phases.</p> <p>Comparison and Analysis diffusion models: Growth kinetics of diiron boride layers on ASTM A283 steel. <a href="https://doi.org/10.3390/ma15238420">https://doi.org/10.3390/ma15238420</a></p> <p>Hard-coated surfacing of a few micrometers is widely applied to increase the efficiency of tools, e.g., for cutting, forming, and casting applications. Therefore, the base thermodiffusion surface treatment is a practical solution to these issues by hardening surface layers with interstitial elements such as carbon, nitrogen, and boron. In particular, within this study, the growth kinetics of an iron boride layer on ASTM 283 steel were investigated with two diffusion models of the powder-pack boriding technique in the temperature range of 1123–1273 K with different treatment periods. The first model, called the steady-state diffusion model, used the modified version of the mass balance equations at the Fe<sub>2</sub>B/substrate growth interface, the parabolic growth law, and the solution of Fick's second law without time dependence. At the same time, the second diffusion model was based on Goodman's method, also called the integral heat balance method. Afterward, the diffusion coefficient of boron in the Fe<sub>2</sub>B phase was calculated by fitting the experimental data to the models. Nevertheless, the estimated value for the activation energy of ASTM A238 steel in both diffusion models was coincident (168.2 kJ/mol?). A mathematical analysis was implemented by means of a power series (Taylor series) to explain this similarity. The SEM examinations showed a solid tendency to saw-tooth morphology at the growth interface with the formation of the Fe<sub>2</sub>B layer, whose presence was verified by XRD analysis. The tribological characterizations, including the tests of Rockwell-C indentation, pin-on-disc, and Vickers hardness test method, were used to analyze the antiwear features of the Fe<sub>2</sub>B layers. Finally, this value of energy was compared to the literature for its experimental validation.</p> <p>Keywords: boronizing; layer growth; diffusion models; Fe<sub>2</sub>B; minimum energy. <a href="https://doi.org/10.3390/ma15238420">https://doi.org/10.3390/ma15238420</a></p>
Articulos científicos enviados en revistas arbitradas	2	4	
2023-01-24 14	40:32 (Z.CDM X) Pág. 7		

Handwritten signatures and initials in blue ink, including a large signature at the top and several smaller ones below.

Handwritten signature in blue ink at the bottom right of the page.



## Metas cumplidas

Tesis concluidas de Licenciatura			
2022-10-27	CARACTERIZACIÓN DE CAPAS FeB/Fe2B-TiN DEPOSITADOS SOBRE LA SUPERFICIE DE ACEROS QUE SON CONVENCIONALES EN LA INDUSTRIA		
2022-10-27	Caracterización de las capas FeB/Fe2B-TiN depositado sobre la superficie de aceros que son convencionales en la industria.		
2022-12-15	Utilizando caracterización Nanotecnológica de evaluaré una capa multicomponencial Base FeB-TiN para un acero aleado		
Tesis concluidas de Maestría			
2023-01-20	Pruebas de desgaste unidireccional en un acero H13 previamente borurado en ambiente seco		
2023-01-20	Modificación superficial de materiales por medio de nanoestructuras de ZnO obtenidas por PVD e hidrotérmico.		
2022-01-28	Simulador Virtual de Vuelo para cuadrones en Unity 3D		
Artículos científicos enviados en revistas arbitradas			
2022-05-02	Revista: Microscopy and Microanalysis	Microstructure and Mechanical Properties of Borided ASTM A709 Steel by powder-pack Boriding	Estados Unidos
2022-07-22	Revista: Microscopy and Microanalysis	Core Shell structures in comparative study of the composition $x=0.01$ ( $BaTi_{1-5x}Nb_4xO_3$ ) prepared by the Barium Titanate Route and solid-state route	Estados Unidos
2022-11-26	Revista: Materials	Comparison and Analysis of Diffusion Models: Growth Kinetics of Diiron Boride Layers on ASTM A283 Steel	Estados Unidos
2022-12-30	Revista: Journal of Technology and Innovation	Adhesion and wear study on 316L steel coated with titanium nitride by PVD	México

## 4. Metodología

Descripción de la metodología empleada para el alcance de los objetivos

En los meses iniciales del proyecto se realizó la revisión bibliográfica de los antecedentes que sustentaron el marco teórico de las tesis en desarrollo tanto de Nivel Maestría como de licenciatura. De igual manera el diseño de experimentos para encontrar los valores de las variables del proceso supervisado por el M. en C. Rodolfo Velázquez Mancilla, M.C. Miguel Ángel Paredes Rueda, el Dr. Alejandro Rodríguez Molina, el Dr. José Solís Romero y el Dr. Oscar Armando Gómez Vargas, además teniendo como consideración la participación de un alumno de residencias. El proyecto se llevó por etapas, como se describe a continuación.

### Etapas

Se seleccionaron varios tipos de acero utilizados comúnmente en la industria para modificar la superficie de los mismos. Estos aceros seleccionados, ver tabla 1. Se realizó la caracterización metalográfica y mecánica (evaluación de dureza por ejemplo) para ver las condiciones iniciales del material metálico. Al mismo tiempo se manufacturó un contenedor de acero inoxidable que permitió el empaquetamiento con pasta deshidrata de B4C para garantizar el proceso termoquímico de borurado, ver figura 1.

En la etapa 2, se utilizaron las ecuaciones de balance de masa en la interfase de crecimiento FeB/Fe2B/sustrato para determinar los parámetros de crecimiento. Al mismo tiempo se trabajó con la fabricación de los contenedores para las pruebas de corrosión de los diferentes materiales en diferentes medios ácidos y alcalinos.

En la etapa 3, se caracterizaron las superficies o capas generadas utilizando equipos como el Nanodurómetro, Microscopio electrónico de barrido, tribómetro, interferómetro de luz blanca, etc., ver figura 2. Dichos equipos se encuentran en el laboratorio de materiales de posgrado del ITTLA, algunos ensayos como los del microdurómetro se realizaron en la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo con la colaboración del Dr. Martín Ortiz que es colaborador externo del proyecto.

En la etapa 4, se realizaron los análisis de los resultados obtenidos hasta el momento y también alimentar la red artificial neurodifusa, para poder predecir su comportamiento del crecimiento de las capas.

## 5. Colaboración y Participación

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

M. Lora



Integrantes del proyecto

CVU-TecNM	Integrante	Rol	Actividades realizadas
IT16A488	GÓMEZ-VARGAS, OSCAR ARMANDO	Responsable	Es mi responsabilidad administrar, coordinar y manejar la logística del proyecto, así como de las actividades de todos y cada uno de los integrantes. Llevar a cabo la caracterización y revisión de los trabajos de Tesis de los alumnos de Maestría que participaron en el proyecto. Realización y escritura de los artículos JCR correspondientes al trabajo. Participación de manera virtual al Congreso Internacional (Microscopy & Microanalysis, Agosto, 2022. E.U) en donde se publicaron los resultados referentes al proyecto. Recopilar la información generada de todas las actividades.
IT16A587	VELAZQUEZ-MANCILLA, RODOLFO	Colaborador	Realizó la búsqueda de las fuentes bibliográficas relacionadas con el proyecto. Caracterización Mecánica: medición de las capas boruradas obtenidas. Análisis de datos, revisión de trabajos de los alumnos.
IT16B080	PAREDES-RUEDA, MIGUEL ANGEL	Colaborador	Estuvo al tanto de los consumibles que han llegado. Realizó la búsqueda de las fuentes bibliográficas relacionadas con el proyecto. Caracterización Mecánica y metalográfica. Análisis de datos, revisión de trabajos de los alumnos
IT16B286	SOLIS-ROMERO, JOSE	Colaborador	Actividades de revisión relacionadas con el proyecto. Caracterización Mecánica y metalográfica, medición de las capas boruradas obtenidas. Análisis de datos e introducción de datos a la red neuronal, revisión de trabajos de los alumnos. Caracterización de las pruebas de corrosión. Realización y escritura de los artículos JCR.
IT20A952	RODRIGUEZ-MOLINA, ALEJANDRO	Colaborador	Realizó la búsqueda de las fuentes bibliográficas relacionadas con el proyecto. Análisis de datos y el manejo de la red neurodifusa, revisión de trabajos de los alumnos.

Colaboración con Externos

Nombre completo	Institución	Actividades realizadas
Ortiz-Domínguez, Martín	Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo-Campus Ciudad Sahagún. Hidalgo, México.	Desarrollo en el trabajo de investigación con los artículos publicados así como su escritura, codirector de tesis. Caracterización mecánica y metalográfica.

Participación de Estudiantes

Num. Control	Nombre completo	Institución	Rol(es)	Actividades realizadas
14251337	Rodríguez-Rodríguez, Jaime	Instituto Tecnológico de Tlalnepantla	Tesista	Incorporación al proyecto, trabajo de laboratorio donde hay que cortar piezas y caracterizarlas metalográficamente, búsqueda bibliográfica.
13250042	Félix-Camacho, Nahum	Instituto Tecnológico de Tlalnepantla	Tesista	Realizar búsqueda bibliográfica, corte de material, preparación metalográfica de muestras, montaje de muestras pulidas, trabajo de su redacción tesis de licenciatura.
M15250668	Carranza-Vargas, César Iván	Instituto Tecnológico de Tlalnepantla	Tesista	búsqueda bibliográfica, lectura de artículos para la redacción del estado del arte, preparación de muestras metalográficas, realización de tratamientos térmicos y termoquímicos, apoyo en la realización de pruebas de corrosión.
M21254102	Estrada-Martínez, Fortino Fabián	Instituto Tecnológico de Tlalnepantla	Tesista	Realización de pruebas de corrosión, deposición de películas mediante la técnica de PVD, búsqueda bibliográfica, pruebas metalográficas.
M04250145	Mora -Soto, Manuel Eduardo	Instituto Tecnológico de Tlalnepantla	Tesista	Revisión bibliográfica, generación de gráficas, cálculo de tiempos y movimientos.

2023-01-24 14:40:32 (Z:CDMX) Pág. 9

Num. Control	Nombre completo	Institución	Rol(es)	Actividades realizadas
Proyecto: r13 M13253088	Marina Izuel	Instituto Tecnológico de Tlalnepantla	Tesista	Búsqueda bibliográfica, preparación de muestras, corte de material metálico, pruebas de corrosión. Redacción Capítulo I de tesis.

### 6. Desviaciones y Modificaciones

Si se hicieron modificaciones y principalmente fueron en el título de algunos de los trabajos y artículos, debido a que por la forma en que se van obteniendo los resultados y los tiempos establecidos, es necesario hacer esas pequeñas modificaciones. También por el periodo tan corto que se tiene una vez obtenidos los recursos materiales (y que solo nos han entregado solo un 25%) a veces los alumnos no alcanzan a terminar el proceso de titulación o están en el límite, tal es el caso de los alumnos de Maestría y licenciatura pero los procesos administrativos son muy lentos.

### 7. Productos transferidos

- 2 Tesis de Maestría
- 3 Artículos en revistas arbitradas JCR
- 1 Tesis en desarrollo de Licenciatura
- 1 Tesis en desarrollo de Maestría
- 1 Tesis concluida de Licenciatura en espera de abrir expediente

### 8. Difusión

El proyecto consiste en aplicar un tratamiento termoquímico para mejorar la resistencia al desgaste de diversos materiales metálicos de una manera fácil y económica. Alrededor del instituto tenemos varios corredores industriales de una gran cantidad de ramas como lo es la mecánica, industrial, manufacturera, etc., en donde se maneja una gran cantidad de herramientas de corte, así como componentes mecánicos que están expuestos a desgaste. Los resultados obtenidos pueden ser un inicio para mejorar las condiciones de estos materiales, así como exponerlos a medios corrosivos severos y aumentar su vida útil. Algunos de los resultados parciales ya fueron expuestos en congresos a nivel internacional como los expuestos en el congreso de Microscopía y Análisis que se llevó a cabo en Estados Unidos.

### 9. Recurso Ejercido

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

### 10. Beneficios y Problemas

Los problemas que se tuvieron fueron básicamente por los retrasos todavía provocados por la pospandemia, sobre todo en el retraso de la entrega de los recursos materiales hasta el día de hoy. El recurso económico de TecNM llegó en mayo pero en el Campus no llega el recurso fácilmente, ya que todavía falta de que se nos entregue material de trabajo, solo se han entregado el 25%.

Afortunadamente, tenemos un pequeño remanente de consumibles de proyectos anteriores que nos ayudan a solventar algunos contratiempos o en caso de ser necesario, utilizamos nuestros propios recursos personales y económicos para la culminación de los objetivos del proyecto. Debido a algunos de los contratiempos, en algunos casos se modifican ligeramente los títulos de los trabajos presentados, pero siempre siguiendo nuestra línea de Investigación de Ingeniería de superficies perteneciente a la Maestría de Ciencias de la Ingeniería que pertenece al padrón de excelencia de CONACYT.



**11. Información adicional**

En primera instancia podemos decir que se está trabajando con otra línea de investigación como lo es la de cómputo para la alimentación de la red artificial. De igual manera se han ido agregando más alumnos de maestría y licenciatura que podrán graduarse posteriormente.

<p>Responsable técnico</p>  <p>Oscar Arzuendo Gómez Vargas</p> <p>Nombre y firma</p>	<p>Jefe de la DEPI o Subdirector académico</p>  <p>MIGUELLA PAREDES PAREDES</p> <p>Nombre y firma</p>	<p>Director del plantel</p>  <p>Nombre y firma</p>
---	--	--









## EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO

OTORGA LA PRESENTE

### CARTA DE ACEPTACIÓN

A

**Autor de correspondencia: Fortino Fabián Estrada Martínez**

Por este conducto le notificamos que su trabajo "PRUEBAS DE ADHESIÓN Y DESGASTE EN ACERO 316L RECUBIERTO DE NITRURO DE TITANIO POR PVD" ha sido aceptado por el comité organizador para participar en formato **CARTEL** en la ciudad de Durango México, durante el congreso **INNOVATECNM 2022** los días 24 y 25 de octubre.

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

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

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

Le recordamos que el depósito es por el cartel "**Estrada\_Martinez\_F\_F\_ITTLA\_Otra**" y no por el número de participantes, además, de que la presentación de cartel será en línea y el reconocimiento para los autores será entregado al autor de correspondencia, una vez finalizada la participación del autor de correspondencia en el evento.

CIUDAD DE MÉXICO, A 16 DE SEPTIEMBRE 2022.

**Dr. HÉCTOR JAVIER VERGARA HÉRNANDEZ**  
COORDINADOR GENERAL DEL COMITÉ ORGANIZADOR DEL CONGRESO INTERNACIONAL  
DE INVESTIGACIÓN Y CONFORMACIÓN DE REDES DE INVESTIGACIÓN INNOVATEC 2022.





**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO  
NACIONAL DE MÉXICO

**EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO**

OTORGA LA PRESENTE

**CONSTANCIA DE PARTICIPACIÓN**

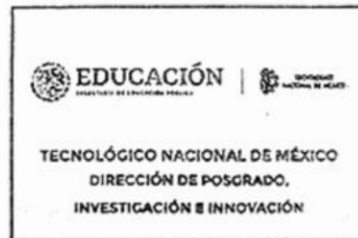
A

**Fortino Fabián Estrada Martínez\*, Oscar Armando Gómez Vargas, Roberto Carlos Vega Moron, Lizbeth Melo Máximo, Dulce Viridiana Melo Máximo**

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

**“PRUEBAS DE ADHESIÓN Y DESGASTE EN ACERO 316L RECUBIERTO DE NITRURO DE TITANIO POR PVD”**

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



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



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



## PRUEBAS DE ADHESIÓN Y DESGASTE EN ACERO 316L RECUBIERTO DE NITRURO DE TITANIO POR PVD

Fortino Fabián Estrada Martínez, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tlalnepanilla 1\*, Oscar Armando Gómez Vargas, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tlalnepanilla 1\*, Roberto Carlos Vega Moron Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tlalnepanilla 1\*, Lizbeth Melo Máximo Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tlalnepanilla 1\*, Dulce Viridiana Melo Máximo, Tecnológico de Monterrey2\*

1: TecNM-Instituto Tecnológico de Tlalnepanilla, División de Estudios de Posgrado e Investigación, Av. Instituto Tecnológico s/n, La comunidad, 54070, Tlalnepanilla de Baz, México.  
2: Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Estado de México, Av. Lago de Guadalupe KM 3.5, Margarita Maza de Juárez, 52926 Cd López Mateos, Méx.

fabián\_flewa@hotmail.com \*

### I. INTRODUCCIÓN

La mejora de las propiedades mecánicas, químicas, físicas y morfológicas a fin de generar protección sobre superficies se pueden lograr mediante distintas técnicas, un ejemplo de ellas es el PVD. La deposición física de vapor (PVD) es el proceso por el cual se deposita átomo por átomo un material sobre otro mediante plasma creciendo de esta manera una película superficial. Los recubrimientos de nitruro de titanio (TiN) mejoran las propiedades superficiales de los sustratos aumentando su resistencia al desgaste y a la corrosión, además de presentar una buena adherencia al sustrato.

### II. DESARROLLO



### II. RESULTADOS

Se depositaron películas delgadas de Ti/TiN sobre sustrato de acero 316L mediante la técnica de PVD (fig. 1), las muestras se caracterizaron por microscopía electrónica de barrido, tribología, microscopía óptica y prueba de adhesión.

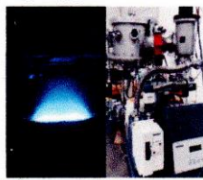


Fig. 1. Proceso de PVD sobre acero 316L.

La figura 2 muestra el análisis de dispersión de energía del sustrato con y sin recubrimiento, se observa la presencia de los elementos característicos de un acero 316L y de los elementos del recubrimiento depositado (Ti y N).

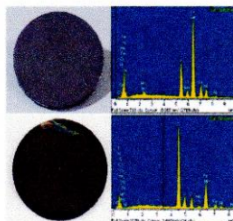


Fig. 2. Análisis de dispersión de energía del sustrato antes y después del recubrimiento (Ti/TiN)

La evaluación de la adhesión del recubrimiento de Ti/TiN se evaluó comparando la indentación con las fallas aceptables que se presentan en la norma VDI, el recubrimiento de Ti/TiN presenta una adherencia aceptable ya que no presenta en las orillas de la indentación fracturas críticas del recubrimiento (figura 3).

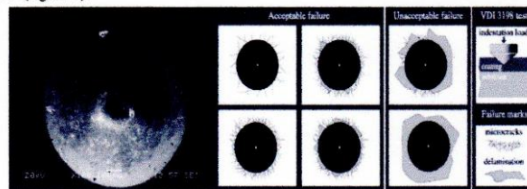


Fig. 3. Prueba de adhesión del recubrimiento de Ti/TiN.

Se realizaron pruebas de desgaste via húmeda empleando suero de bovino y un pin de polietileno con un recorrido total de 200 metros. Este ensayo se realizó tanto en un sustrato de acero 316L con y sin recubrimiento. El coeficiente de fricción obtenido durante el ensayo de desgaste muestran al inicio del recorrido es alto y conforme transcurre el tiempo disminuye alcanzando un punto de estabilidad. El coeficiente de fricción más bajo se obtuvo en el sustrato con recubrimiento Ti/TiN así mismo se puede observar que en el sustrato sin recubrir presenta huellas de desgaste profundas a comparación de las muestras recubiertas.

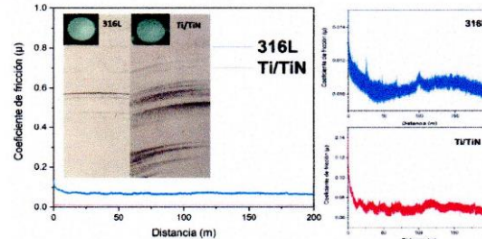


Fig. 4. Ensayo de desgaste.

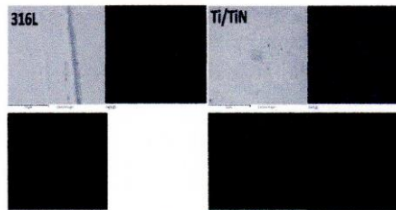


Fig. 5. Análisis de dispersión de energía

El análisis de dispersión de energía (Figura 5) nos muestra el cambio de composición superficial, como se puede observar tenemos la presencia de titanio y nitrógeno en la muestra recubierta, lo que nos indica la existencia del nitruro de titanio.

### III. CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados obtenidos durante la fabricación y caracterización se puede observar que las películas delgadas de Ti/TiN (por PVD) presentan una mejora en las propiedades tribológicas del acero 316L disminuyendo el desgaste por fricción. De acuerdo al tipo de fractura obtenida en la prueba de adhesión se considera aceptable.

### IV. AGRADECIMIENTOS

Al tecnológico Nacional de México por la apertura de la convocatoria, al Tecnológico de Monterrey campus Estado de México por el espacio del laboratorio, así mismo al CONACyT por la beca nacional otorgada.

### V. REFERENCIAS

1. J. R. N. Gálvez, «Producción, caracterización y desempeño de recubrimientos de Ti/TiN sobre acero 316L, producidas por PVD para aplicaciones biomédicas.» Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, México, 2020.
2. A. A. N. B. N. Vidakis, «The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds.» ELSEVIER, pp. 481-485, 2003.
3. T. B. H. C. B. V. G. E. M. YH Cheng, «Mechanical and tribological properties of TiN/Ti multilayer coating.» Surface and Coatings Technology, vol. 205, n° 1, pp. 146-151, 2010.

**VIII Simposio Nacional y 1<sup>era</sup>  
Reunión Latinoamericana de  
Ingeniería de Superficies y  
Tribología**



Estimado: Fortino Fabián Estrada MArtínez

Número de Resumen: PEL-TRIB-47

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

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

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

Atentamente,

Dr. Joaquín Oseguera Peña  
Presidente REDISYT

Dr. Giuseppe Pintaude  
Secretario Tribobr

Dr. Germán Prieto  
SecretarioAAT



## EVALUACIÓN DEL DESGASTE DE UN RECUBRIMIENTO DE Ti/TiN SOBRE UN SUSTRATO Ti6Al4V POR MEDIO DE UN PIN POLIMÉRICO

F. F. Estrada-Martínez, 1\*, C. M. Hernández Hernández 1\*, L. Melo-Máximo 1\*, D. V. Melo-Máximo 2\*, R. C. Vega-Morón 1\*, E. Uribe-Lam 3\*, E. O. Ávila-Davila 1\*.

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

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

3: Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Querétaro, Epigmenio González 500, San Pablo, 76130 Santiago de Querétaro, Qro.

[ffebian\\_ffem@hotmail.com](mailto:ffebian_ffem@hotmail.com)\*

### I. INTRODUCCIÓN

La mejora de las propiedades mecánicas, químicas, físicas y morfológicas a fin de generar protección sobre superficies se pueden lograr mediante distintas técnicas, un ejemplo de ellas es el PVD. Mediante esta técnica se obtienen películas delgadas con buena adherencia al sustrato como el TiN, empleado para mejorar los materiales biomédicos aumentando su resistencia al desgaste y a la corrosión a la cual se encuentran expuestos.

### II. DESARROLLO EXPERIMENTAL



### III. RESULTADOS

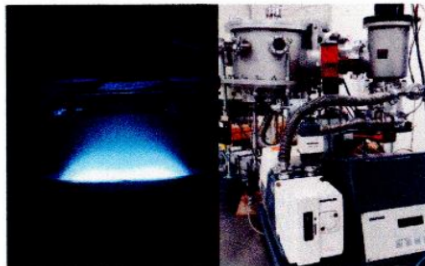


Fig. 1. Proceso de PVD sobre acero 316L.

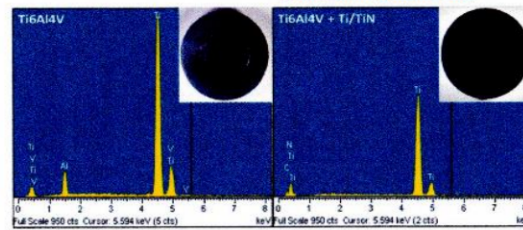


Fig. 2. Análisis de dispersión de energía del sustrato antes y después del recubrimiento (Ti/TiN).

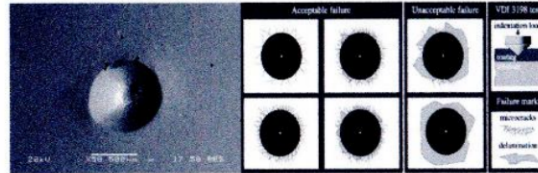


Fig. 3. Ensayo de adhesión.

### III. CONCLUSIONES

Las películas delgadas de Ti/TiN (por PVD) presentan una mejora en las propiedades tribológicas del acero Ti6Al4V disminuyendo el desgaste por fricción en vía húmeda. El pin de UHMWPE irradiado presenta un menor desgaste en el utilizado en el sustrato recubierto. De acuerdo al tipo de fractura obtenida en la prueba de adhesión se considera una película delgada aceptable.

### IV. AGRADECIMIENTOS

A REDISYT por la apertura de la convocatoria, al Tecnológico de Monterrey campus Estado de México por el espacio en los laboratorio, al EDOMEX FICDTEM-2021-01 Financiamiento para la investigación de Mujeres Científicas-COMECYT, así mismo al CONACYT por la beca nacional otorgada.

### V. REFERENCIAS

1. D. D. a. A. R. Geetha Manivasagam, "Biomedical Implants: Corrosion and its Prevention - A Review," Resent Patnts on corrosion science, vol. 2, pp. 40-54, 2010.
2. M. J. M. G. M. W. S. M. A. R. Z. U. R. S. M. A. M. I. & B. V. Ghulam Moeen Uddin, "Experimental investigation of tribo-mechanical and chemical properties of TiN PVD coating on titanium substrate for biomedical implants manufacturing," The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, vol. 102, pp. 1391-1404, 2019.
3. J. R. N. Gálvez, «Producción, caracterización y desempeño de recubrimientos de Ti/TiN sobre acero 316L, producidas por PVD para aplicaciones biomédicas,» Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, México, 2020.
4. A. A. N. B. N. Vidakis, «The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds,» ELSEVIER, pp. 481-485, 2003.
5. T. B. H. C. B. V. G. E. M. YH Cheng, «Mechanical and tribological properties of TiN/Ti multilayer coating,» Surface and Coatings Technology, vol. 205, n° 1, pp. 146-151, 2010.

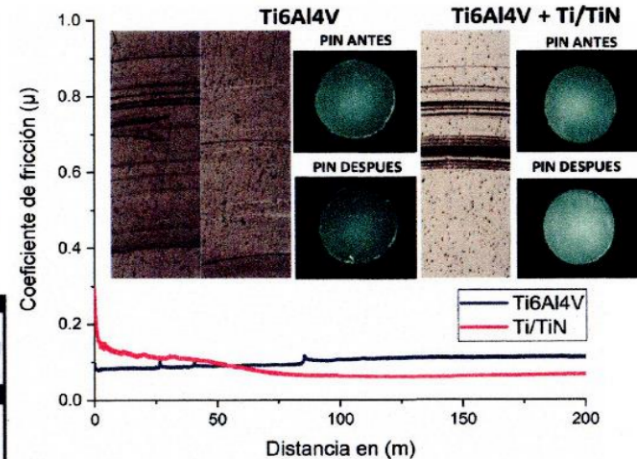


Fig. 4. Ensayo de tribología.



**VIII Simposio Nacional y 1<sup>era</sup>  
Reunión Latinoamericana de  
Ingeniería de Superficies y  
Tribología**



Estimado: **Celia Massiel Hernández Hernández**

Número de Resumen: **NCOM-19**

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

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

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

Atentamente,

**Dr. Joaquín Oseguera Peña**  
Presidente REDISYT

**Dr. Giuseppe Pintaude**  
Secretario Tribobr

**Dr. Germán Prieto**  
Secretario AAT

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

C. M. Hernández-Hernández<sup>1</sup>, E.F. Estrada-Martínez<sup>1</sup>, L. Melo-Máximo<sup>1</sup>, R. Y. Farinango-Eskola<sup>2</sup> y D. V. Melo-Máximo<sup>2</sup>

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

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

## Introducción

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

## Metodología

### Sustrato:

Acero 316L pulido a espejo.

### Semilla:

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

### Deposición de la semilla:

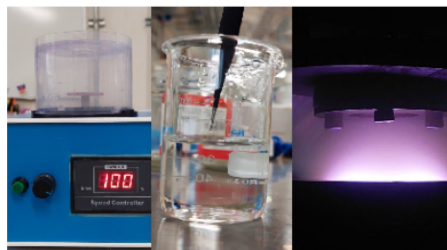
-Spin-coating: 3000 rpm/40s.

-Dip-coating: 25 inmersiones.

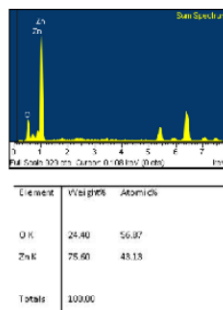
-PVD: 5s de exposición.

### Crecimiento de nanocables:

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



Spin-coating. Dip-coating. PVD.



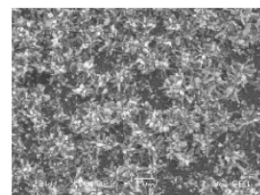
EDS de las muestras con nanocables de óxido de zinc



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

## Resultados

### PVD



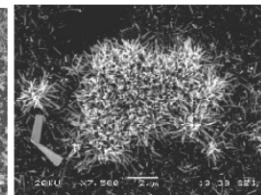
MEB

Semilla PVD,

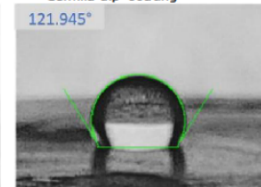


Medición del ángulo de contacto:  
Semilla PVD

### Dip-coating

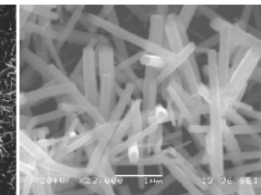


Semilla dip-coating



Semilla dip-coating

### Spin-coating



Semilla por spin-coating



Semilla por spin-coating

## Conclusión

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

## Agradecimientos

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

### Bibliografía relacionada

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



# Certificate of Publication – Journal



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

CDMX, December - 2022

**MELO-MAXIMO, Lizbeth**

ORC ID: 0000-0002-7081-0661, CVU CONACYT ID: 299373

**MELO-MAXIMO, Dulce Viridiana**

ORC ID: 0000-0001-7488-7677, CVU CONACYT ID: 170068

**VEGA-MORON, Roberto Carlos**

ORC ID: 0000-0003-4772-7904, CVU CONACYT ID: 513822

**ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián**

ORC ID: 0000-0003-2909-9473, CVU CONACYT ID: 1107452

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

## PRESENT:

We are pleased to inform you that your article “Wear evaluation of a PVD Ti/TiN coating on Ti6Al4V alloy against a polymeric pin” with keywords “*TiN, Aleación Ti6Al4V, Tribology, PVD*”. Has been published on pages 21-26, in “*Journal of Scientific and Technical Applications*”, *V-8 N-22*, with ISSN: **2444-4928**. Journal edited by ECORFAN-Mexico, S.C. Holding Spain. (2022) and DOI: 10.35429/JSTA.2022.22.8.21.26.

This article is classified in:

Area: Engineering

Field: Engineering

Discipline: Mechanical Engineering

Subdiscipline: Materials engineering

This research is published in:

[https://www.ecorfan.org/spain/researchjournals/Aplicacion\\_Cientifica\\_y\\_Tecnica/vol8num22/Journal\\_of\\_Scientific\\_and\\_Technical\\_Applications\\_V8\\_N22\\_4.pdf](https://www.ecorfan.org/spain/researchjournals/Aplicacion_Cientifica_y_Tecnica/vol8num22/Journal_of_Scientific_and_Technical_Applications_V8_N22_4.pdf)

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

LATINDEX (Scientific Journals of Latin America, Spain and Portugal)

EBSCO (Research Database - EBSCO Industries)

RESEARCH GATE (Germany)

GOOGLE SCHOLAR (Citation indices-Google)

REDIB (Ibero-American Network of Innovation and Scientific Knowledge- CSIC)

MENDELEY (Bibliographic References Manager)

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

Regards.

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

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

[www.ecorfan.org](http://www.ecorfan.org)

## Holdings

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



**Wear evaluation of a PVD Ti/TiN coating on Ti6Al4V alloy against a polymeric pin****Evaluación del desgaste de un recubrimiento de Ti/TiN por PVD sobre una aleación Ti6Al4V contra un pin polimérico**

MELO-MAXIMO, Lizbeth†\*, MELO-MAXIMO, Dulce Viridiana, VEGA-MORON, Roberto Carlos and ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián

*Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Tlalnepantla, México.*

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

ID 1<sup>st</sup> Author: *Lizbeth, Melo-Maximo* / ORC ID: 0000-0002-7081-0661, CVU CONACYT ID: 299373

ID 1<sup>st</sup> Co-author: *Dulce Viridiana, Melo-Maximo* / ORC ID: 0000-0001-7488-7677, CVU CONACYT ID: 170068

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

ID 3<sup>rd</sup> Co-author: *Fortino Fabián, Estrada-Martinez* / ORC ID: 0000-0003-2909-9473, CVU CONACYT ID: 1107452

DOI: 10.35429/JSTA.2022.22.8.21.26

Received: July 25, 2022; Accepted: December 30, 2022

**Abstract**

Titanium is one of best materials for surgical implants and total joint replacements because of its low density, low elastic modulus strength and corrosion resistance. Although the Ti6Al4V alloy shows these characteristics, its tribological properties are insufficient, superficial deterioration occurs due to the fracturing of the surface oxide when it comes into contact with another material under friction conditions, thus increasing wear. The present work presents a solution to this problem, depositing titanium nitride (TiN) by plasma-assisted physical vapor deposition. This coating was characterized by scanning electron microscopy, energy dispersion analysis and wear resistance against an ultra-high molecular weight polyethylene pin. The coating showed high wear resistance against this pin; therefore, it can be a promising alternative to increase tribological properties of Ti6Al4V alloy.

**Resumen**

El titanio es uno de los mejores materiales para implantes quirúrgicos y reemplazos totales de articulaciones debido a su baja densidad, bajo modulo elástico, resistencia mecánica a la corrosión. Aunque la aleación Ti6Al4V muestra todas estas singularidades, sus propiedades tribológicas son deficientes, pues presenta deterioro superficial por la ruptura del óxido superficial al interactuar con otro material bajo condiciones de fricción, lo que incrementa su desgaste. Este trabajo presenta una solución a este problema al depositar nitruro de titanio (TiN) por el método de deposición física de vapor asistido por plasma. Este recubrimiento fue caracterizado por microscopia electrónica de barrido, análisis de dispersión de energía y se estudió la resistencia al desgaste contra un pin de polietileno de ultra alto peso molecular. El recubrimiento mostró buena resistencia al desgaste en interacción contra este pin, por lo tanto, el recubrimiento puede ser una alternativa para incrementar la resistencia al desgaste de la aleación Ti6Al4V.

**TiN, Aleación Ti6Al4V, Tribology, PVD**

**TiN, Aleación Ti6Al4V, Tribología, PVD**

**Citation:** MELO-MAXIMO, Lizbeth, MELO-MAXIMO, Dulce Viridiana, VEGA-MORON, Roberto Carlos and ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián. Wear evaluation of a PVD Ti/TiN coating on Ti6Al4V alloy against a polymeric pin. Journal of Scientific and Technical Applications. 2022. 8-22:21-26.

\* Correspondence to Author (E-mail: lizbeth.mmm@tlalnepantla.tecnm.mx)

† Researcher contributing as first author.

## Introduction

Ti6Al4V alloys are extensively used in the manufacture of medical implants, due to their properties like biocompatibility, low electronic conductivity, high corrosion resistance, etc. However, sliding either against metal or polyethylene results in fracture of the superficial oxide, causing accumulation of materials particles that can cause bone resorption, decreasing working life and quality of the prostheses [1].

The properties of the alloy can be improved by modifying its surface, this can be achieved with surface treatments such as the plasma-assisted phase-vapor deposition process. The technique is widely used for the control of the parameters and their stability in the production of thin films [2].

The PVD process consists of evaporating the element of interest employing a working gas that is usually argon, which allows the transfer of the material to an atomic level. This process is conducted in a controlled atmosphere, in which the material evaporates and is deposited on the substrate to be coated generating a thin film [2].

Protection of Ti6Al4V substrates by coatings obtained by PVD has been reported. The results revealed a promising solution because of its stable and non-toxic behavior, besides improving mechanical properties, biocompatibility, wear, corrosion resistance and osteointegration [3].

Nitrides are good candidates to protect Ti6Al4V alloy because of the excellent performance they present to metal corrosion. In particular, titanium nitride (TiN) and titanium-aluminum nitride (TiAlN) are thermally stable and chemically inert, so they have attracted attention to be used in prostheses as a preventive measure against wear and corrosion [4].

One of the purposes in various prostheses is to minimize wear of the base material. The degradation of the surface by friction generates the loss of precision and the failure of the implants. One of the materials used as an orthopedic bearing is ultra-high molecular weight polyethylene that comes into contact with the prosthesis material and should not lead to saturation of material remains [5].

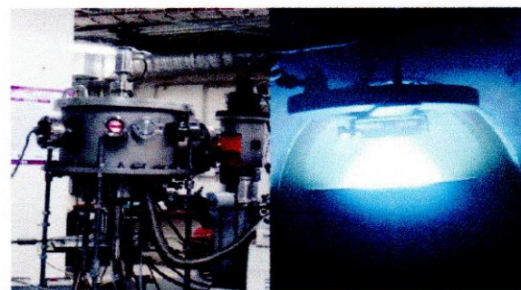
There are comparative studies between ultra-high molecular weight polyethylene against metallic and other materials showing higher stability within the prosthesis in addition to load and force transmission similar to physiological behavior, this can be attributed to the material being flexible compared to metals and can withstand loads at bending angles [6] [7].

## Methodology

A Ti6Al4V alloy was used and prepared superficially with SiC abrasive paper and diamond paste to obtain a mirror finish. The deposition of the thin films of Ti/TiN were performed by the process of physical vapor deposition (PVD). Initially, an ionic cleaning with argon gas was performed for about 1 minute, followed by a deposition of an adhesion layer of Ti for 5 minutes; finally, the TiN thin film was synthesized for 20 minutes. For this process, a high purity titanium target was selected, using constant flows of argon and nitrogen in a controlled atmosphere, throughout the deposition process.

## Results

Thin films of Ti/TiN were deposited on Ti6Al4V alloy by Physical Deposition Vapor (PVD) (fig. 1). The samples were characterized by scanning electron microscopy, optical microscopy and tribological tests using an ultra-high molecular weight polymeric pin with and without irradiation treatment, and adhesion tests.

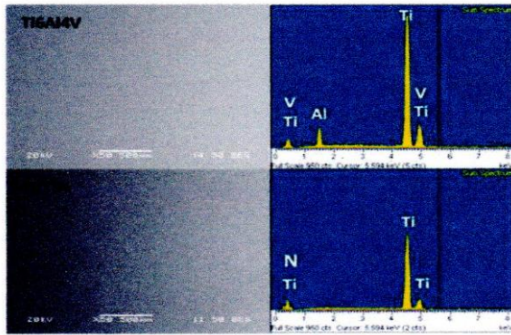


**Figure 1** PVD equipment and deposition process on Ti6Al4V alloy

Source: [2]

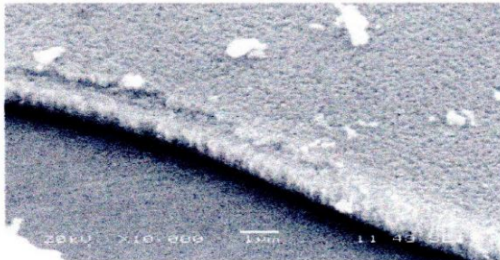


In the energy dispersion analysis (Figure 2) of the substrate with and without coating, can be observed the presence of the characteristic peaks of the elements that compose Ti6Al4V alloy, and the elements of the Ti/TiN coating deposited on the substrate.



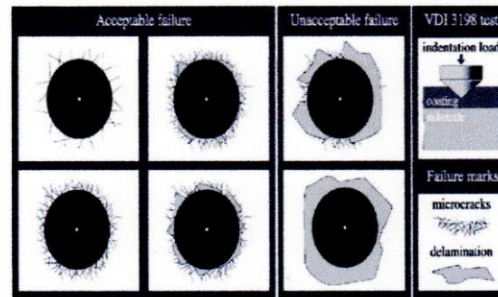
**Figure 2** Analysis of substrate energy dispersion before (a) and after coating (Ti/TiN) (b)

Figure 3 shows the layer thickness obtained from the coating which is around 1  $\mu\text{m}$ . It is noted that the coating has a columnar and dense growth, it is also noted that the surface of the coating is rough.

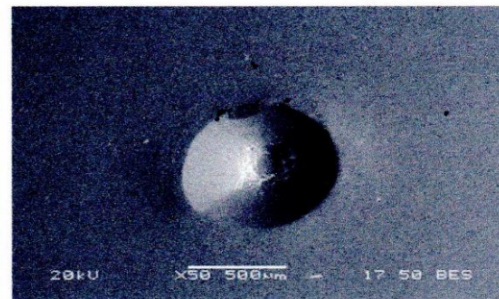


**Figure 3** Ti/TiN coating thickness

The VDI 3198 standard (Figure 4) was taken as a reference to evaluate the adhesion of the Ti/TiN coating, the indentation was performed with a Rockwell durometer C with a working load of 150 kg (1471 N). When comparing the footprint obtained with the failure maps shown in the standard, it can be observed that the Ti/TiN coating presents an acceptable adhesion, since it does not present critical fractures in the contour of the indentation (Figure 5).



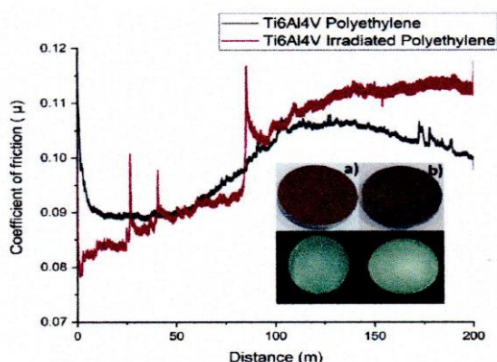
**Figure 4** Principio of the indentation test VDI 3198  
Source: [8]



**Figure 5** Ti/TiN coating adhesion test

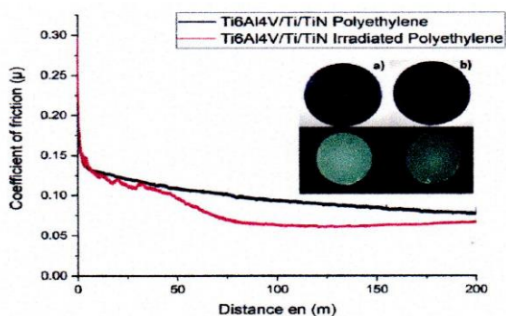
The pin on disk tests were performed on coated and uncoated samples under wet conditions using bovine serum and a polyethylene pin of ultra-high molecular weight as counterpart; two conditions of pins were used: irradiated and non-irradiated. The total sliding distance was 200 meters, and the load was 5 N.

The results obtained in the substrate of Ti6Al4V without coating are shown in figure 6 in which it can be seen that the friction coefficients are very similar, the non-irradiated pin presents a lower coefficient of friction at the beginning and it can be observed in the sample (a) a lesser damage caused by the counterpart compared to the sample (b) which presents a more damage caused by the pin irradiated .



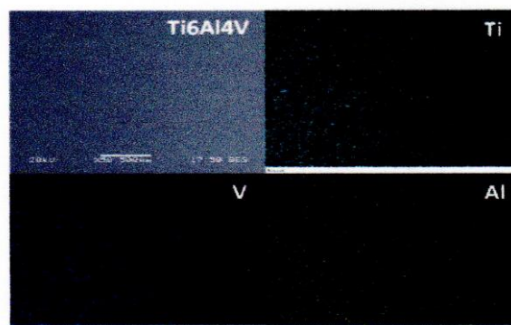
**Figure 6** Coefficient of friction results of Ti6Al4V alloy using non irradiated pin (a) and irradiated (b)

Pin on disk results for Ti/TiN coated samples are shown in figure 7, it is observed that the lowest coefficient of friction was obtained in the (b), in which the irradiated pin was used compared to the non-irradiated pin, it is observed in the coated samples that, although the damage is evident, a greater depth was obtained in the sample (b), in which the irradiated pin was used compared to the sample tested against non-irradiated pin (a).

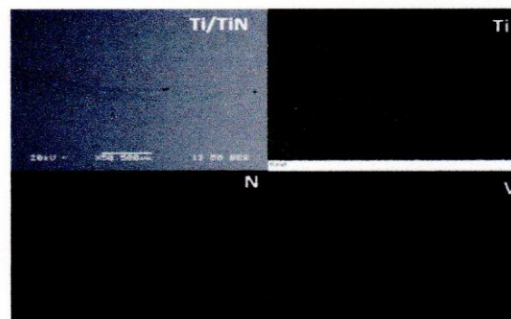


**Figure 7** Coefficient of friction results of Ti/TiN coated substrate using non irradiated (a) and irradiated (b) pin

Figure 8 shows the concentration of Ti, Al and V that corresponds to Ti6Al4V alloy, whereas figure 9 shows the concentration of Ti and N found on the surface of the Ti/TiN coating, confirming the presence of titanium nitride.

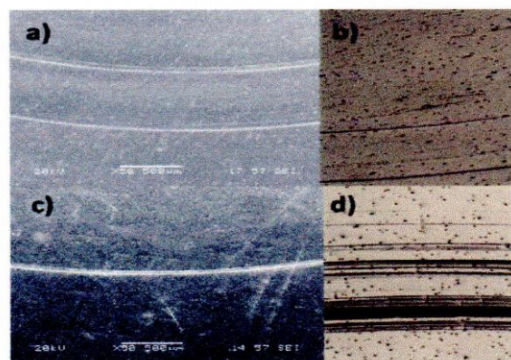


**Figure 8** Elemental composition of the uncoated Ti6Al4V. a) titanium, b) vanadium and c) aluminum



**Figure 9** Elemental composition of the Ti6Al4V coated with Ti/TiN. a) titanium, b) nitride, c) vanadium

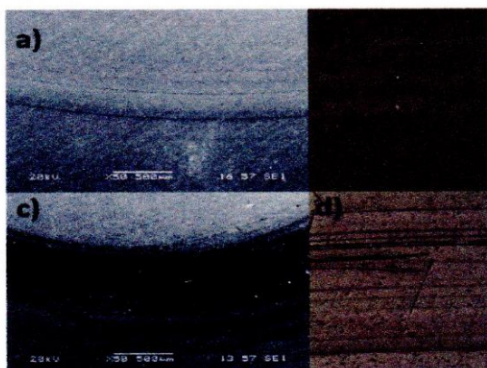
Figure 10 shows the wear tracks obtained by scanning electron microscopy and optical microscopy on the Ti6Al4V alloy with the non-irradiated pin (a and b) and with the irradiated pin (c and d) is observed. It is observed that the wear tracks generated by the irradiated pin are deeper and the grooving mechanisms is evident.



**Figure 10** Wear track on a substrate of Ti6Al4V



Figure 11 shows the wear tracks obtained by SEM and OM from the samples coated with Ti/TiN tested against a non-irradiated pin (a and b) and irradiated pin (c and d), in which it is observed a shallow track, only ductile deformation is observed on the surface of the coated samples.



**Figure 11** Wear track on a Ti/TiN-coated substrate

#### Gratitude

We acknowledge the support of Women Scientists-COMECYT EDOMEX for the funding granted to the FICDTEM-2021-0 38 project. Also, to the surface engineering laboratory of the Instituto Tecnológico de Monterrey campus Estado de México, to Division of Graduate Studies and Research of TECNM-ITTILA and to CONACYT for the national scholarship granted.

#### Conclusions

According to the results obtained, the thin films of Ti/TiN obtained by the PVD on Ti6Al4V alloy improved the tribological properties of the substrate by reducing the coefficient of friction under wet conditions, which would increase working life of the substrate. Considering the adhesion tests taking VDI 3198 as reference, the film adhesion is acceptable since the footprint generated did not present catastrophic detachment of the coating.

#### References

- [1] E.Mohseni, E. A. (2015). Ti/TiN/HA coating on Ti-6Al-4V for biomedical applications. *Ceramics International*, 41(10), 14447-14457. doi:10.1016/j.ceramint.2015.07.081 <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.07.081>
- [2] J.Acosta, A. O. (2007). Process monitoring during AlN deposition by reactive magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 201(18), 7992-7999. doi:10.1016/j.surfcoat.2007.03.048 <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.03.048>
- [3] R.Bahi, C. N. (2020). Surface performances of Ti-6Al-4V substrates coated PVD multilayered films in biological environments. *Surface and Coatings Technology*, 385, 125412. doi:10.1016/j.surfcoat.2020.125412 <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125412>
- [4] V.M.C.A.Oliveira, C. A. (2014). Improving corrosion resistance of Ti-6Al-4V alloy through plasma-assisted PVD deposited nitride coatings. *Corrosion Science*, 88, 317-327. doi:10.1016/j.corsci.2014.07.047 <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2014.07.047>
- [5] V. Sáenzde Viteri, M. U.-R. (2012). Characterization of Ti-C-N coatings deposited on Ti6Al4V for biomedical applications. *Journal of Inorganic Biochemistry*, 117, 359-366. doi:10.1016/j.jinorgbio.2012.09.012 <https://doi.org/10.1016/j.jinorgbio.2012.09.012>
- [6] Ganesh G. Gupta, G. a. (1997). Biomechanical and computer analysis of radial head prostheses. *Journal of Shoulder and Elbow Surgery*, 6(1), 37-48. doi:10.1016/S1058-2746(97)90069-0 [https://doi.org/10.1016/S1058-2746\(97\)90069-0](https://doi.org/10.1016/S1058-2746(97)90069-0)

- [7] J.L.Tipper, P. A. (2001). Characterisation of wear debris from UHMWPE on zirconia ceramic, metal-on-metal and alumina ceramic-on-ceramic hip prostheses generated in a physiological anatomical hip joint simulator. *Wear*, 250(1-12), 120-128. doi:10.1016/S0043-1648(01)00653-6 [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(01\)00653-6](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(01)00653-6)
- [8] N.Vidakis, A. a. (2003). The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. *Journal of Materials Processing Technology*, 143-144, 481-485. doi:10.1016/S0924-0136(03)00300-5 [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00300-5](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00300-5)



## Certificate of Publication – Journal



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

CDMX, October - 2022

**HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, Celia Massiel**

CVU CONACYT ID: 1107422

**MELO-MÁXIMO, Lizbeth**

ORC ID: 0000-0002-7081-0661

**MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana**

ORC ID: 0000-0001-7488-7677

**ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián**

CVU CONACYT ID: 1107452

**Tecnológico Nacional de México**

### PRESENT:

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

This article is classified in:

Area: Engineering

Field: Technological sciences

Discipline: Material technology

Subdiscipline: Properties of materials

This research is published in:

[https://www.ecorfan.org/bolivia/researchjournals/Aplicaciones\\_de\\_la\\_Ingenieria/vol9num28/Journal\\_of\\_Engineering\\_Applications\\_V9\\_N28\\_2.pdf](https://www.ecorfan.org/bolivia/researchjournals/Aplicaciones_de_la_Ingenieria/vol9num28/Journal_of_Engineering_Applications_V9_N28_2.pdf)

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

LATINDEX (Scientific Journals of Latin America, Spain and Portugal)

RESEARCH GATE (Germany)

GOOGLE SCHOLAR (Citation indexes-Google)

REDIB (Iberoamerican Network of Innovation and Scientific Knowledge- CSIC)

MENDELEY (Bibliographic Reference Manager)

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

Regards.

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

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

[www.ecorfan.org](http://www.ecorfan.org)

### Holdings

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



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

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

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

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

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

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

ID 3<sup>rd</sup> Co-author: Fortino Fabián, Estrada-Martínez / CVU CONACYT ID: 1107452

DOI: 10.35429/JEA.2022.28.9.14.18

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

**Abstract**

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

**Resumen**

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

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

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

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

† Researcher contributing as first author.

### Introduction

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

### Hydrophobicity and Hydrophilicity

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

### ZnO nanostructures

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

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

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

### Methodology

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

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



Figure 1 Spin and dip coating process

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

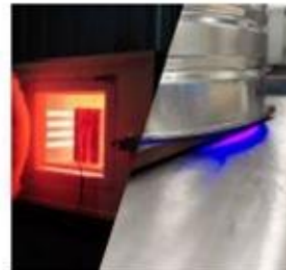


Figure 2 Procedure to modify the behavior of nanostructures

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



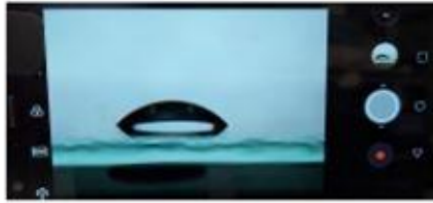


Figure 3 Drop of water photograph for contact angle measurement

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

### Results

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

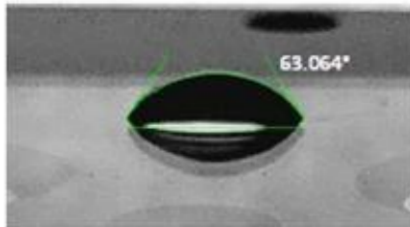


Figure 4 Unmodified substrate contact angle

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

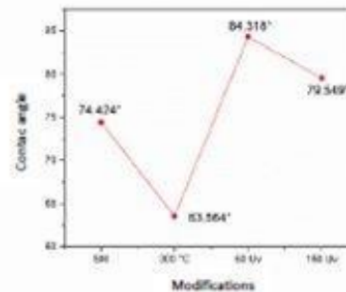


Figure 5 Contact angles behavior of spin-coating samples

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

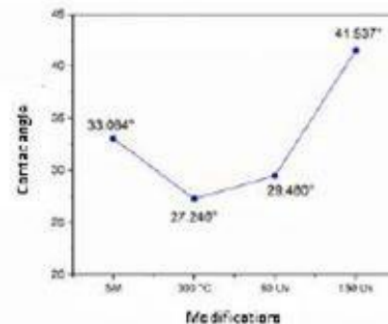


Figure 6 Measurement of the contact angles of the samples by spin coating. a) sample with zinc oxide nanostructures, b) sample after 90 min at  $300^\circ\text{C}$ , c) sample after 60 min exposed to ultraviolet light, d) sample after 150 min exposed to ultraviolet light

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

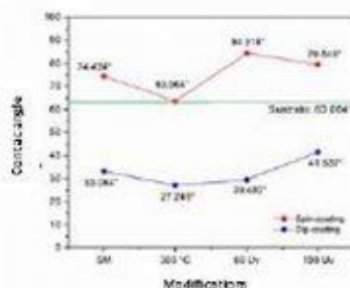


Figure 7 Contact angles behavior of dip-coating samples

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

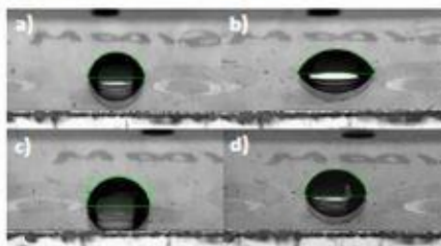


Figure 8 Measurement of the contact angles of the samples by dip coating. a) sample with zinc oxide nanostructures. b) sample after 90 min at 300 °C. c) sample after 60 min exposed to ultraviolet light, d) sample after 150 min exposed to ultraviolet light

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

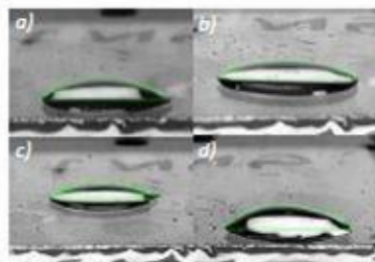


Figure 9 Change in contact angles against uncoated substrate

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

#### Acknowledgments

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

#### Financing

CONACYT National Scholarship Program number 788152.

#### Conclusions

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

## References

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





# Certificate of Publication – Journal



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

CDMX, December - 2022

**CANO-LÓPEZ, Axel**  
CVU CONACYT ID: 1187242  
**MELO-MÁXIMO, Lizbeth**  
ORC ID: 0000-0002-7081-0661, CVU CONACYT ID: 299373  
**ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabián**  
ORC ID: 0000-0003-2909-9473, CVU CONACYT ID: 1107452  
**MELO-MÁXIMO, Dulce Viridiana**  
ORC ID: 0000-0001-7488-7677, CVU CONACYT ID: 170068

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

### PRESENT:

We are pleased to inform you that your article “**Characterization of the static contact angle of zinc oxide nanowires synthesized by hydrothermal method**” with keywords “*Static contact angle, Nanowires, Hydrothermal*”. Has been published on pages 7-11, in “**Journal of Technological Operations**”, *V-6 N-18*, with ISSN: **2523-6806**. Journal edited by ECORFAN-Mexico, S.C. Holding Taiwan. (2022) and DOI: 10.35429/JTO.2022.18.6.7.11.

This article is classified in:

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

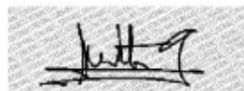
This research is published in:  
[https://www.ecorfan.org/taiwan/research\\_journals/Operaciones\\_Tecnologicas/vol6num18/Journal\\_of\\_Technological\\_Operations\\_V6\\_N18\\_2.pdf](https://www.ecorfan.org/taiwan/research_journals/Operaciones_Tecnologicas/vol6num18/Journal_of_Technological_Operations_V6_N18_2.pdf)

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

RESEARCH GATE (Germany)  
GOOGLE SCHOLAR (Citation indices-Google)  
MENDELEY (Bibliographic References Manager)  
REDIB (Ibero-American Network of Innovation and Scientific Knowledge- CSIC)  
HISPANA (Information and Bibliographic Orientation-Spain)

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

Regards.



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

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

[www.ecorfan.org](http://www.ecorfan.org)

### Holdings

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

## Characterization of the static contact angle of zinc oxide nanowires synthesized by hydrothermal method

### Caracterización del ángulo de contacto estático de nanocables de óxido de zinc sintetizados por método hidrotermal

CANO-LÓPEZ, Axel†, MELO-MÁXIMO, Lizbeth\*, ESTRADA-MARTÍNEZ, Fortino Fabian and MELO-MAXIMO, Dulce Viridiana

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

ID 1<sup>st</sup> Author: Axel, Cano-López / CVU CONACYT ID: 1187242

ID 1<sup>st</sup> Co-author: Lizbeth, Melo-Máximo / ORCID: 0000-0002-7081-0661, CVU CONACYT ID: 299373

ID 2<sup>nd</sup> Co-author: Fortino Fabian, Estrada-Martínez / ORCID: 0009-0003-2909-0473, CVU CONACYT ID: 1109452

ID 3<sup>rd</sup> Co-author: Dulce Viridiana, Melo-Máximo / ORCID: 0000-0001-7488-7677, CVU CONACYT ID: 170068

DOI: 10.35429/JTO.2022.18.6.7.11

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

#### Abstract

The ability of a liquid to maintain contact with a solid is known as wetting, this is determined by the existence of a balance between the cohesive and adhesive forces. To study this property in materials it is required that the three phases of matter exist: liquid, solid and gas. The present work focuses its study on the characterization of the static contact angle that relates the cohesive and adhesive forces in the liquid-gas-solid system. Hexagonal zinc oxide nanowires were synthesized by the hydrothermal method on conductive glass substrates to which a zinc oxide seed was previously deposited by spin-coating and dip-coating. The results obtained show the change in the contact angles according to the growth of the nanostructures on the surface.

#### Resumen

La capacidad de un líquido para mantener contacto con un sólido se conoce como humectación, está determinado por un equilibrio entre las fuerzas cohesivas y adhesivas. Para estudiar esta propiedad en los materiales se requiere que existan las tres fases de la materia: líquido, sólido y gas. El presente trabajo se centra en el estudio en la caracterización del ángulo de contacto estático, que relaciona las fuerzas cohesivas y adhesivas en el sistema líquido-gas-sólido. Se sintetizaron por el método hidrotermal nanocables hexagonales de óxido de zinc sobre sustratos de vidrio conductor a los que se les depositó previamente una semilla de óxido de zinc por spin-coating y dip-coating. Los resultados obtenidos muestran el cambio en los ángulos de contacto según el crecimiento de las nanoestructuras sobre la superficie.

Static contact angle, Nanowires, Hydrothermal

Ángulo de contacto estático, Nanocables, Hidrotermal

**Citation:** CANO-LÓPEZ, Axel, MELO-MAXIMO, Lizbeth, ESTRADA MARTÍNEZ, Fortino Fabian and MELO-MAXIMO, Dulce Viridiana. Characterization of the static contact angle of zinc oxide nanowires synthesized by hydrothermal method. *Journal of Technological Operations*. 2022. 6-18.7-11.

\* Correspondence to the Author (E-mail: [lizbeth.com@fai.tecnol.mx](mailto:lizbeth.com@fai.tecnol.mx))

† Researcher contributing as first author.

## Introduction

Within nanotechnology, the shape, size and functionalisation of materials are topics of interest, as they have a significant impact on the properties of materials [1].

Zinc oxide is one of the materials with great potential for its applications in the development of permeable materials, transistors, sensors and UV laser diodes, thanks to its conductive, hydrophobic and hydrophilic properties [2].

### Contact angle

The contact angle is used to quantify the wettability of solid surfaces. In an interacting system of a vapour, a solid and a liquid at a given pressure and temperature the angle should be in equilibrium reflecting the relative strength of the vapour, liquid and solid interactions [2].

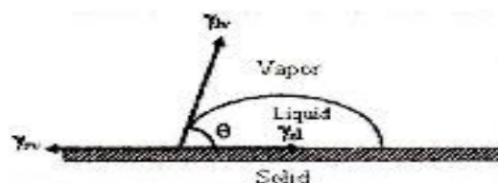


Figure 1 Schematic of contact angle and surface stresses

$\gamma_{lv}$	Vapour-liquid surface tension
$\gamma_{sv}$	Solid vapour surface tension
$\gamma_{sl}$	Solid-liquid surface tension

Table 1 shows the schematic of the relationship between surface stresses and contact angle ( $\theta$ )

In the 20th century, Gibbs demonstrated the volumetric dependence of the contact angle by modifying the study carried out by Thomas Young in 1805, where he demonstrated the relationship between the contact angle and the surface tensions exerted on sessile droplets [3]. The relationship of surface tensions on flat surfaces proposes that there is a linear tension that limits the solid-liquid-gas phases and is explained by the following equation.

$$\cos(\theta) = \frac{\gamma_{sv} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lv}} + \frac{k}{\gamma_{lv}} \frac{1}{\alpha}$$

The above equation relates the linear stress ( $k$ ) and the droplet radius ( $\alpha$ ) to the cosine contact angle taking into account the phase interface [3].

When the liquid droplet remains motionless on the solid surface the contact angle measured is the static (or sessile) angle, this is not the only stable type as there is a range of contact angles given by factors such as topography, chemical homogeneity and above all roughness [4].

The main contact angles are forward (measures liquid-solid cohesion) and backward (measures liquid-solid adhesion) since the difference between them generates the static angle which is defined by the angle hysteresis [4].

### Contact angle hysteresis

Static contact angle measurements produce values depending on other parameters such as the way in which the liquid is deposited (velocity, angle, quantity) so hysteresis is used which encompasses the relationship between the dynamic angles (advance and retreat), it is analogous to the static friction term requiring a minimum amount of work to modify the contact line [5].

$$\theta = \theta_A - \theta_R$$

$\theta$	Static angle
$\theta_A$	Angle of advance
$\theta_R$	Backward angle

Table 2

### Relationship of roughness to the contact angle

Roughness plays a major role in the performance of the contact angle and wettability of the surfaces, since the more voids there are on the surface of the material, the more air pockets there are between it and the surface of the droplet. In relation to roughness, two phenomena are described: the first is the Wenzel effect, where the droplet homogeneously wets the grooves of the rough surface and the second known as Cassie-Baxter, where the droplet heterogeneously wets the surface of the material and stays above the grooves that encapsulate air [6] [7].



### Methodology to be developed

By means of a chemical synthesis with zinc acetate and sodium chloride diluted in methanol, this mixture was kept under stirring for two hours at a temperature of approximately 60°C. Zinc oxide nanostructures were obtained and used as seeds on conductive glass substrates.

Seed deposition was carried out by spin-coating at a speed of 3,000 rpm for 40 seconds (3 samples) and by dip-coating by performing 20 dips at intervals of 5 seconds each (3 samples). Once the doped substrates were dried at room temperature, they were immersed in a solution of hexamethylenetetramine and zinc nitrate and baked for 2, 4 and 6 hours at a temperature of 90°C. At the end of this time, they were carefully washed with distilled water and left to dry at room temperature. Each sample was characterised for contact angle (seed and nanowires) and observed by scanning electron microscopy.

### Results

The contact angles were measured by placing a drop of water on the surfaces. The first angle measured was that of the conductive glass without any modification, as can be seen in figure 2 without any modification the glass presents an angle of 63.064°.



Figure 2 Contact angle of the conductive glass without modification

Since the parameters of the samples are the same before the synthesis of the nanowires, the contact angle was measured for Dip-coating and Spin-coating; as shown in figure 3, the seed deposition generates a change on the surface.

The contact angle decreased to 19.693° when the seed was deposited by the Dip-coating method, the same happened for the Spin-coating method, however, the decrease of the angle was not so drastic.

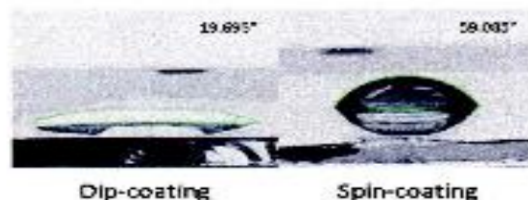


Figure 3 Contact angles of the seeds

EDS analysis was performed to validate the presence of zinc oxide on the surfaces, as shown in figure 4 by the characteristic peaks exist on the surface of the sample zinc and oxygen.

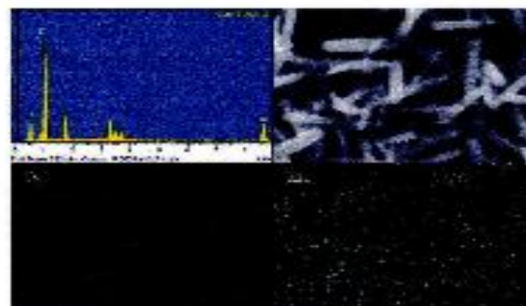


Figure 4 EDS of the surface of the zinc oxide nanowires

The characterisation of the contact angle of the dip-coated samples with the zinc oxide nanowires showed an unusual behaviour. As shown in figure 5, the first two hours increased the angle to 58.048°, but after two more hours the angle returned to a low angle, even smaller than with the seed. At the end of the experiment and after 6 hours of the hydrothermal method, the surface angle measured 46.490°, below the main angle (glass without modification) but exceeding the previous measurement.



Figure 5 Contact angles of the dip-coated samples



To observe the possible causes of the effect presented in the samples, they were characterised by scanning electron microscopy. In figure 6a, belonging to the two-hour sample, the presence of small structures forming "bushes" can be observed, these are attributed to the increase in the contact angle due to the air that could have been trapped between them; in figure 6b, the structures are observed 4 hours after the hydrothermal method, it is possible to identify more clearly the hexagonal and long structures that come from the seed deposited on the surface. These structures are characteristic of the most stable structure of zinc oxide: wurtzite, the arrangement of the nanowires in this image exhibits gaps between them, therefore, water can penetrate between the structures thus decreasing the contact angle. The structures in figure 6c are long and thin, with an interlocking arrangement where air can be encapsulated.

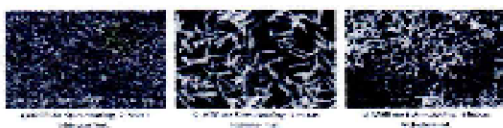


Figure 6 Scanning electron microscopy of the dip-coated samples

In the case of the spin-coating samples, the contact angle decreased a little, but remained in the same range after two hours of hydrothermal method, after 4 hours it increased reaching almost the main angle of the glass without modifications, however, after 6 hours the angle decreased again to  $44.503^\circ$ .



Figure 7 Contact angles of the spin-coated samples

As with the dip-coated sample, the three substrates were characterised by scanning electron microscopy. Figure 8a shows small accumulations of material on the surface which could be the bases of the nanowires; in figure 8b, hexagonal structures are observed growing vertically and forming a type of "grass", the growth of the structures after 6 hours can be seen in figure 8c, a "bush" of vertical nanowires is formed.

ISSN: 2524-6806  
ECCORFAN® All rights reserved.



Figure 8 Scanning electron microscopy of the spin-coating samples

The decrease of the contact angle between the 4 and 6 hours samples could be due to the fact that, although these "bushes" are not sequential over the whole surface, they are located as if they were colonies, so the droplet could fall outside these structures decreasing the contact angle.

#### Acknowledgements

To the Tecnológico Nacional de México campus Tlalnepantla, to the laboratory of Surface Engineering of the Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey Campus Estado de México for access to equipment and space to carry out the experimentation, as well as to CONACYT for the national grant awarded.

#### Conclusions

The results obtained in the 6 samples show the growth of zinc oxide nanowires in relation to the time exposed to hydrothermal synthesis.

The samples with the seed deposited by dip-coating showed an accelerated growth since from the first two hours small linear structures were visible on the surface, which with the passage of time grew and intertwined.

The seed deposited by spin-coating maintained a progressive growth, after two hours the surface shows protrusions without any linear structure. After 4 hours of synthesis, hexagonal structures are observable, which adopt a bush-like shape after 6 hours.

The contact angles show varying values depending on the structures grown on the surface. Taking into account the description of hydrophobicity and hydrophilicity by the angles obtained on the surfaces not exceeding  $90^\circ$ , it is concluded that all the samples are hydrophilic.

CANU-LÓPEZ, Axel, MELLO-MÁXIMO, Edith, ESTRADA-MARTÍNEZ, Fermio Fabián and MELLO-MÁXIMO, Dulce Viridiana. Characterization of the static contact angle of zinc oxide nanowires synthesized by hydrothermal method. Journal of Technological Operations. 2022

Although the dynamic measurement of the droplets was not carried out, the static contact angle measurements show the behaviour between the growth of the zinc oxide nanowires and their contact angle.

#### References

- [1] E. L. Wolf, «An Introduction to Modern Concepts in Nanoscience,» de *Nanophysics and Nanotechnology*, Wiley Online Library, 2006. DOI: 10.1002/9783527618972
- [2] D. K. M. A. S. U. H. J. a. A. H. Doepak Prasad Subedi, «Retracted: Study of the wettability of ZnO nanofilms,» *International Nano Letters*, vol. 2, n° 1, 2012. <https://doi.org/10.1186/2228-5326-2-1>
- [3] T. Young, «An essay on the cohesion of fluids,» *Philosophical Transactions*, vol. 95, 1997. <https://doi.org/10.1098/rstl.1805.0005>
- [4] H. H. M. S. a. M. K. M. Ali Nabizadeh, «Effects of dynamic contact angle on immiscible two-phase flow displacement in angular pores: A computational fluid dynamics approach,» *Journal of Molecular Liquids*, pp. 1-31, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.111457>
- [5] T. H. a. S. KOSHIZUKA, «Numerical simulation of droplet behavior on an inclined plate using the Moving Particle Semi-implicit method,» *Mechanical Engineering Journal*, vol. 6, n° 5, 2019. <https://doi.org/10.1299/mej.19-00204>
- [6] R. N. Wenzel, «RESISTANCE OF SOLID SURFACES TO WETTING BY WATER,» *Industrial & Engineering Chemistry*, vol. 8, n° 28, pp. 988-994, 1936. <https://doi.org/10.1021/ie50320a024>
- [7] A. B. D. C. a. S. Baxter, «Wettability of porous surfaces,» *Transactions of the Faraday Society*, vol. 40, pp. 546-551, 2012. <https://doi.org/10.1039/TF9444000546>

**VIII Simposio Nacional y 1<sup>era</sup>  
Reunión Latinoamericana de  
Ingeniería de Superficies y  
Tribología**



Estimado: Romi Yainel Farinango Eskola

Número de Resumen: 32

En nombre de la Red Temática CONACYT en Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT), TriboBr y la Asociación Argentina de Tribología nos complace informarle que su trabajo titulado: "Efecto de los parámetros de deposición en las películas delgadas de Ti/TiO<sub>2</sub> en acero 316L mediante PVD .".

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

Tópico: PEL-TRIB.

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

Atentamente,

**Dr. Joaquín Oseguera Peña**  
Presidente  
REDISYT

**Dr. Giuseppe Pintaude**  
Secretario  
TribobR

**Dr. Germán Prieto**  
Secretario  
AAT

# Efectos de los parámetros de deposición en las películas delgadas Ti/TiO<sub>2</sub> en acero 316L mediante PVD.

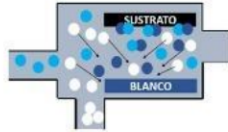
R.Ferriñango-Eskola, E. Uribe-Lam, L. Melo-Máximo, D.Melo-Máximo, F.Estrada-Martínez y C. Hernández-Hernández

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

## 1.-INTRODUCCIÓN

### PVD-RMS

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

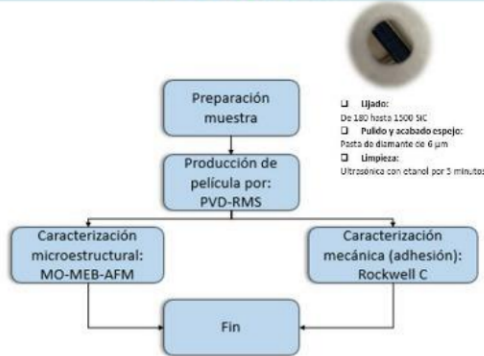


Los recubrimientos obtenidos por PVD permiten la **modificación de parámetros** de deposición con el objetivo de controlar las propiedades (densidad, morfología y composición) de las películas delgadas y usarlas en diferentes aplicaciones. [2]

## 2.-OBJETIVOS

**Sintetizar y caracterizar** películas delgadas nanoestructuradas de Ti/TiO<sub>2</sub> desarrolladas mediante el método PVD-RMS con la finalidad de encontrar parámetros idóneos para lograr películas bien adheridas al sustrato.

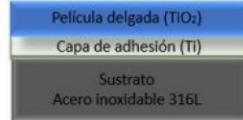
## 3.-METODOLOGÍA



## 4.-DESARROLLO EXPERIMENTAL

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

### Arquitectura de la película



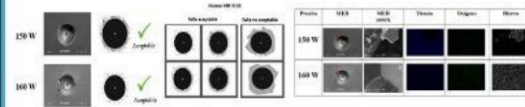
Parámetros variables en la deposición de películas delgadas de Ti/TiO<sub>2</sub>

Variable	Valores	
Potencia [W]	150	160
Modo de alimentación de oxígeno	Constante	Graduado
Temperatura del sustrato (°C)	25	200

## 5.-RESULTADOS

### Efecto de la potencia

Prueba	Superficie	EDS	Espesor de la película	AFM	
150 W			25.5µm		Superficie: Topología uniforme y una apariencia superficial homogénea Mayor potencia, el espesor se incrementa
160 W			47.7µm		Menor potencia, mayor rugosidad



### Efecto del modo de alimentación de oxígeno

Prueba	Superficie	EDS	Espesor de la película	AFM	
CONSTANTE			44.7µm		Superficie: Topología uniforme sin fracturas Modo constante: espesor mayor
GRADUADO			42.7µm		Modo constante: rugosidad menor

### Efecto de la temperatura

Prueba	Superficie	EDS	Espesor de la película	AFM	
25°C			44.7µm		Superficie: Topología uniforme Mayor temperatura: espesor disminuye
200°C			35.0µm		Mayor temperatura: rugosidad disminuye

## 6.-CONCLUSIONES PRELIMINARES

- Con los parámetros utilizados se observa adhesión aceptable
- La película delgada de Ti/TiO<sub>2</sub> producida a 160 W presentó mejor desempeño
- Modo de alimentación constante disminuyó los esfuerzos residuales
- Con temperatura altas no se visualiza ningún tipo de delaminación alrededor de la huella.

## 7.-REFERENCIAS

- [1] D. M. Mattox, Atomic Scale Film Growth and Some Growth-Related Film Properties, 2010.
- [2] E. Uribe, O. Salas, D. V. Melo-Máximo, P. E. Hernández-Suárez, J. Olayo, and R. D. Torres, "Evolution of TiO<sub>2</sub> Al oxide coatings in carburizing atmosphere at high temperature," *Surf Coating Technol*, vol. 181, pp. 2-6, 2015, doi: 10.1016/j.surfcoat.2015.07.005.



**VIII Simposio Nacional y 1<sup>era</sup>  
Reunión Latinoamericana de  
Ingeniería de Superficies y  
Tribología**



Estimado: **Axel Cano López**

Número de Resumen: **90**

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

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

Tópico: **NCOM.**

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

Atentamente,

**Dr. Joaquín Oseguera Peña**  
Presidente  
REDISYT

**Dr. Giuseppe Pintaude**  
Secretario  
Tribobr

**Dr. Germán Prieto**  
Secretario  
AAT

## Nanocables de óxido de zinc: crecimiento vs tiempo.

A. Cano-López<sup>1</sup>, C. Hernández<sup>1</sup>, F. Estrada<sup>1</sup>, J. E. Ortega-Valencia<sup>1</sup>, L. Melo-Máximo<sup>1</sup> y D. V. Melo-Máximo<sup>2</sup>.

1. Tecnológico Nacional de México-Instituto Tecnológico de Tlalnepantla

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

### Introducción.

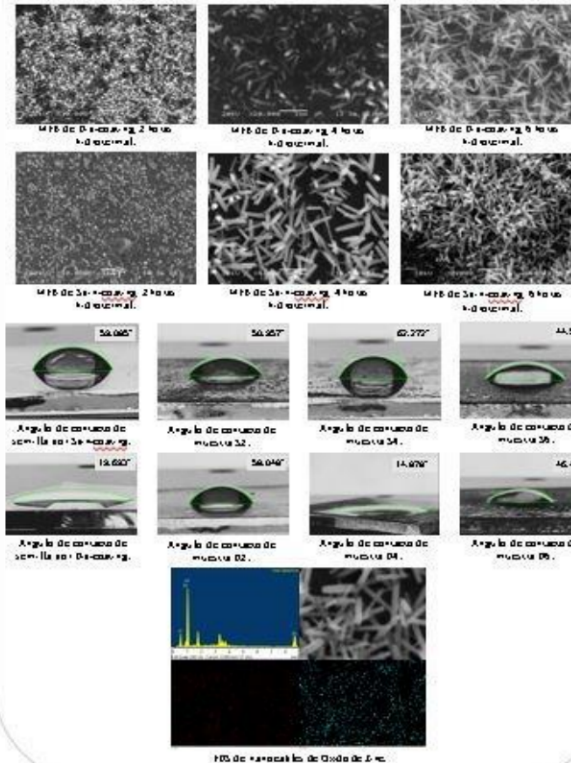
Dentro de la nanotecnología la forma, tamaño y funcionalización de los materiales son temas de interés, ya que impacta de manera significativa en las propiedades de los materiales [1].

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

### Metodología.



### Resultados.



### Conclusiones.

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

### Agradecimientos.

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

### Referencias.

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

**VIII Simposio Nacional y 1<sup>era</sup>  
Reunión Latinoamericana de  
Ingeniería de Superficies y  
Tribología**



Estimado: Yazmin Cabrera Rosas

Número de Resumen: TRIB-PEL-94

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

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

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

Atentamente,

**Dr. Joaquín Oseguera Peña**  
Presidente REDISYT

**Dr. Giuseppe Pintaude**  
Secretario Tribobr

**Dr. Germán Prieto**  
Secretario AAT



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

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

## 1. INTRODUCCIÓN

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

## 2. DESARROLLO



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

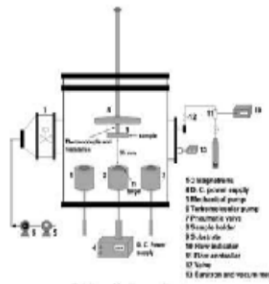


Figura 1. Proceso PVD y componentes de un reactor.

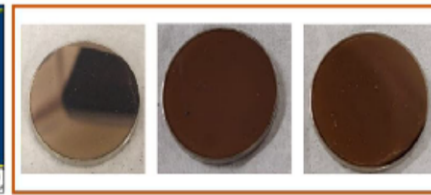
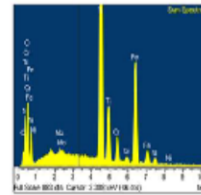


Figura 2. Sustratos de acero inoxidable 316L después de ser depositados con Ti/TiN por PVD.

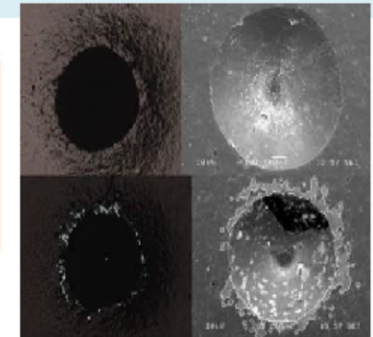


Figura 3. Prueba Norma VDI 3198.

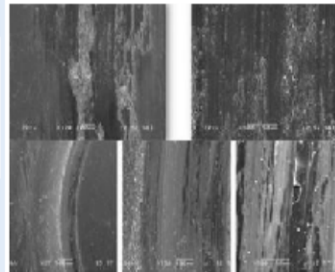
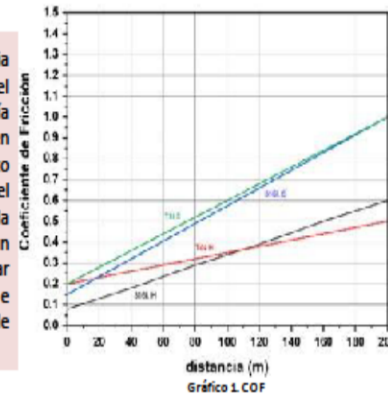


Figura 4. Comportamiento tribológico, parte superior vía húmeda e inferior vía seca.

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



## 3. CONCLUSIONES

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

## 5. REFERENCIAS

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

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

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

## 4. AGRADECIMIENTOS

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