

PISOS ANTIBACTERIALES

Sanchez Santiago Pedro, Acosta Cano de los Ríos José, Méndez Herrera Carlos, Burciaga García Alfredo,
Ochoa Cervantes Leoncio
Tecnológico Nacional de México / Instituto Tecnológico de Chihuahua
División de Estudios de Posgrado e Investigación
Ave. Tecnológico #2909, Col. 10 de mayo, Chihuahua, México
Tel. +52(614)201-2000 Ext. 2114
[pedro.ss, carlos.mh, jose.ac, alfredo.bg, leoncio.oc]@chihuahua.tecnm.mx

RESUMEN

El presente proyecto de investigación desarrolla películas delgadas de óxido de zinc nanoestructuradas para su aplicación en pisos cerámicos, ofreciendo una solución antibacteriana innovadora. Estas películas combinan propiedades fotocatalíticas avanzadas con capacidad para inhibir el crecimiento bacteriano, especialmente en entornos de alto riesgo sanitario. Se sintetizaron mediante técnicas de deposición a presión ambiental y se caracterizaron estructural, morfológica y ópticamente. La actividad antibacteriana se evaluó frente a patógenos comunes usando azul de metileno como modelo. Los resultados demuestran viabilidad, alta absorción y efectividad bajo irradiación UV, visible y solar.

Palabras Clave: Óxido de zinc, antibacteriano, fotocatalisis, películas delgadas.

ABSTRACT

This research develops nanostructured zinc oxide thin films for ceramic floor applications, providing an innovative antibacterial solution. These films combine advanced photocatalytic properties with the ability to inhibit bacterial growth, especially in high-risk sanitary environments. They were synthesized using ambient pressure deposition techniques and characterized structurally, morphologically, and optically. Antibacterial activity was evaluated against common pathogens using methylene blue as a model. Results demonstrate feasibility, high absorption, and effectiveness under UV, visible, and solar irradiation.

Keywords: Zinc oxide, antibacterial, photocatalysis, thin films.

1. INTRODUCCIÓN

El óxido de zinc (ZnO), un semiconductor con propiedades ópticas, eléctricas y químicas versátiles ha despertado un creciente interés en el campo de los semiconductores, particularmente en forma de películas delgadas nanoestructuradas. Estas películas, depositadas mediante técnicas físicas o químicas como la pulverización catódica, la deposición química de vapor (CVD) o la deposición electroquímica, presentan una alta relación superficie-volumen, gran reactividad y una excelente estabilidad térmica y química. Tales características les confieren un amplio rango de

aplicaciones, incluyendo sensores, dispositivos optoelectrónicos y, más recientemente, superficies con propiedades antibacterianas.

La presencia de infecciones bacterianas constituye una amenaza persistente tanto en contextos médicos como industriales. La creciente resistencia bacteriana a los antibióticos ha impulsado la búsqueda de materiales alternativos con propiedades antimicrobianas intrínsecas. En este contexto, las películas delgadas de ZnO se posicionan como una opción prometedora, gracias a su capacidad para generar especies reactivas de oxígeno (ROS) bajo exposición a luz ultravioleta, las cuales dañan las membranas celulares de las bacterias e inhiben su proliferación. Sin embargo, la integración efectiva de estas propiedades antibacterianas continúa siendo un desafío técnico, principalmente por la necesidad de optimizar la estructura cristalina, la morfología y los procesos de síntesis para maximizar su funcionalidad.

Estudios recientes han resaltado esta problemática. Por ejemplo, M. Alrefaee et al. (2020) demostraron que películas de ZnO con orientación cristalina preferencial (002) y superficies rugosas exhiben una mayor actividad antibacteriana frente a *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus*. No obstante, aún es necesario profundizar en los mecanismos fisicoquímicos responsables de esta actividad y en las condiciones de síntesis que permitan reproducir y mejorar dichas propiedades. En esta línea, Zhang et al. (2019) analizaron el efecto de parámetros como la temperatura, la presión y el flujo de gas en la estructura y propiedades ópticas de películas delgadas de ZnO, lo cual proporciona una base útil para el diseño experimental del presente proyecto.

Un aspecto crucial que limita la aplicación masiva de las películas de ZnO como recubrimientos antimicrobianos es su dependencia de la luz ultravioleta para activar su efecto fotocatalítico. En contraste, materiales como el dióxido de titanio (TiO₂), ampliamente estudiados por sus propiedades fotocatalíticas, presentan una limitación similar: su activación está restringida al espectro UV. Esto reduce su eficiencia en condiciones de iluminación ambiental o en interiores. Por ello,

este trabajo propone desplazar la capacidad fotocatalítica del ZnO hacia el espectro de luz visible mediante la introducción de impurezas (dopaje) o el acoplamiento con otros materiales, una estrategia ampliamente respaldada en la literatura científica (Li y Haneda, 2003; Zhou et al., 2020; Antunes et al., 2020; Carp et al., 2004; Pelaez et al., 2012; Di Pola et al., 2012).

La modificación estructural y electrónica del ZnO a través de dopaje metálico o no metálico, así como mediante heterouniones entre óxidos semiconductores u otros compuestos, ha mostrado ser una vía eficaz para ampliar su espectro de absorción y potenciar su actividad antimicrobiana. Es importante diferenciar entre dopaje verdadero —donde los átomos dopantes se integran en la red cristalina— y la formación de materiales compuestos, en los que dos o más fases están en contacto, generando interfases funcionales, como lo destacan Dunnill, Kafizas y Parkin (2012), así como Huerta-Flores et al. (2019).

A la luz de lo anterior, el presente proyecto tiene como objetivo contribuir al avance del conocimiento en la síntesis y caracterización de películas delgadas de óxido de zinc nanoestructuradas con propiedades antibacterianas mejoradas. Se busca superar las limitaciones actuales mediante el ajuste de parámetros de síntesis y la modificación estructural del ZnO, con el fin de obtener películas activas bajo luz visible. Los resultados de esta investigación podrían sentar las bases para su aplicación en recubrimientos antimicrobianos en entornos clínicos, industriales y de alto riesgo sanitario, ofreciendo una alternativa innovadora y sostenible para combatir infecciones bacterianas resistentes.

2. METODOLOGIA

El presente proyecto de investigación se desarrolló siguiendo un enfoque científico riguroso con el propósito de alcanzar los objetivos establecidos. Para ello, se emplearon técnicas experimentales y de caracterización avanzadas que permitieron obtener resultados reproducibles y confiables. A continuación, se describen los principales aspectos metodológicos aplicados:

2.1. Diseño experimental

Se implementó un diseño factorial, considerando como variables independientes la concentración de precursores, la temperatura de síntesis y el tiempo de deposición. Este enfoque permitió analizar de forma sistemática el efecto de dichos parámetros sobre las propiedades estructurales y antibacterianas de las películas delgadas.

2.2. Método de síntesis

Se utilizaron diversas técnicas para la obtención de películas delgadas de óxido de zinc con estructuras nanoestructuradas. Las películas ZnO/Cu fueron sintetizadas mediante erosión catódica (sputtering), mientras que las películas de SrTiO₃ se obtuvieron por recubrimiento por emersión (dip coating). Las restantes películas fueron preparadas utilizando la técnica de Depósito Químico de Vapor Asistido por Aerosol (AACVD).

2.3. Caracterización de materiales:

Para evaluar las propiedades estructurales, morfológicas y ópticas de las películas, se emplearon técnicas como difracción de rayos X (XRD), microscopía electrónica de barrido (SEM), microscopía de fuerza atómica (AFM) y espectroscopía UV-Vis. Estas técnicas permitieron identificar fases cristalinas, topografías superficiales, tamaños de grano y bandas de absorción relevantes.

2.4. Evaluación antibacteriana:

La actividad fotocatalítica y antibacteriana de las películas se evaluó mediante ensayos de degradación del colorante azul de metileno, bajo condiciones controladas de irradiación UV, visible y solar. La degradación del colorante actuó como un indicador indirecto de la generación de especies reactivas de oxígeno, responsables de la inhibición de microorganismos.

2.5. Análisis estadístico:

Los datos obtenidos fueron sometidos a análisis estadístico para determinar la significancia de los efectos observados. Esta evaluación permitió validar las hipótesis experimentales y establecer correlaciones entre las condiciones de síntesis, las características fisicoquímicas de las películas y su efectividad como materiales antimicrobianos.

3. RESULTADOS

3.1 Medición de la actividad fotocatalítica

Para evaluar la actividad fotocatalítica de las películas delgadas desarrolladas, se utilizaron pruebas con colorantes orgánicos, una metodología ampliamente reconocida por su sensibilidad ante la acción de catalizadores activados por luz. En este estudio se empleó el colorante azul de metileno (AM), también conocido como cloruro de tetrametilitionina, debido a su comportamiento característico en reacciones de óxido-reducción.

El AM, una sal básica, presenta una coloración azul intensa en su forma oxidada. Al ser reducido por transferencia electrónica —facilitada por un fotocatalizador bajo irradiación— pierde dicha coloración y se torna incoloro [1]. Este cambio visual, acompañado por una disminución en la absorbancia óptica, permite cuantificar la eficiencia de la degradación del colorante y, por ende, del material fotocatalítico evaluado.

Para llevar a cabo estas mediciones, se utilizó un espectrofotómetro de absorción UV-Vis. El espectro de absorción característico del AM se obtiene representando la absorbancia en función de la longitud de onda, generando así una curva específica que sirve como referencia para los análisis posteriores.

3.2 Síntesis y crecimiento de películas ZnO:Cu

Se llevó a cabo la síntesis de películas delgadas de óxido de zinc dopado con cobre (ZnO:Cu) mediante la técnica de erosión catódica (*sputtering*). Se prepararon dos series experimentales: una sin tratamiento térmico posterior (serie B) compuesta por cuatro películas, y otra con tratamiento térmico (serie A), conformada por cinco muestras adicionales.

En la **Tabla 1** se presentan los datos de crecimiento correspondientes a las películas de la serie B (sin tratamiento térmico), incluyendo condiciones de síntesis como potencia aplicada, tiempo de deposición, tipo de sustrato, flujo de gas y otras variables críticas del proceso. Estos datos son fundamentales para correlacionar las condiciones de fabricación con el desempeño fotocatalítico y antibacteriano de las películas obtenidas.

Tabla 1. Valores de crecimiento de las películas delgadas de ZnO:Cu ; *Fuente elaboración propia*

ID película	ZnO:Cu1 6401B	ZnO:Cu2 6402B	ZnO:Cu3 6403B	ZnO:Cu4 6404B
Material	ZnO (1") y Cu (3")	ZnO (1") y Cu (3")	ZnO (1") y Cu (3")	ZnO (1") y Cu (3")
Fecha	<u>10/07/20</u> <u>21</u>	<u>11/07/20</u> <u>21</u>	<u>11/07/20</u> <u>21</u>	<u>12/07/20</u> <u>21</u>
Sustrato	vidrio	vidrio	vidrio	vidrio
Densidad g/cm ²	2.7/	2.7/	2.7/	2.7/
Impedancia1 0 [^] 5 g/cm ² s	8.17/	8.17/	8.17/	8.17/
tool factor	115	115	115	115
T sustrato °C	36	35	35	34
tiempo de limpieza de la camara.min	<u>60</u>	<u>60</u>	<u>60</u>	<u>60</u>
rpm bomba turbo	27000	27000	27000	27000
Po Torr	2,20E-05	2,20E-05	2,20E-05	1,30E-05
Válvula abierta No. vueltas	1	1	1	1
P1 Torr	5,50E-05	4,10E-05	4,10E-05	4,10E-05
T agua entrada °C	16,66	16,11	16,11	18,33
Flujo de Argón cm ³ /min	15,10	15,10	15,00	15,00
RPM motor	2,00	3,00	3,00	3,00

ID película	ZnO:Cu1 6401B	ZnO:Cu2 6402B	ZnO:Cu3 6403B	ZnO:Cu4 6404B
P2 Torr	3,40E-02	3,40E-02	3,40E-02	1,30E-02
No. de Magnetron	4 (ZnO)	4 (ZnO)	4 (ZnO)	4 (ZnO)
Fuente	RF	RF	RF	RF
Potencia W	30	30	30	30
Potencia Reflejada	3	2	0	0
voltaje	19.5/76. 2	19.5/81. 1	19/85.9	19/82.9
Tiempo de inicio	2:56PM.	10:40am	13:40pm	11:36am
tiempo min	20	20	20	20
No. De Magnetron	1(Cu)	1(Cu)	1(Cu)	1(Cu)
Fuente	dc pulsada	dc pulsada	dc pulsada	dc pulsada
Potencia W	30	30	30	30
Voltaje	275	275	268	268
corriente	0,11	0,11	0,11	0,11
Hora de inicio	3:16PM	11:00am	14:00P M	11:57A M
tiempo seg	40	60	20	80
Flujo de Argón cm ³ /min	15,00	15,00	15,00	15,00
P2 Torr	1,40E-02	1,40E-02	1,30E-02	1,30E-02
No. De Magnetron	4 (ZnO)	4 (ZnO)	4 (ZnO)	4 (ZnO)
Fuente	RF	RF	RF	RF
Potencia W	30	30	30	30
Potencia Reflejada	3	3	3	3
voltaje	19.5/76. 2	19.5/81. 1	19.5/81. 1	19.5/81. 1
Tiempo de inicio	3:17PM	11:01A M	14:01P M	11:58P M
tiempo min	20	20	20	20
tiempo depósito total (min)	20.4	21	20.2	21.2
Observacion es	ninguna	ninguna	ninguna	ninguna
No. de pasos	3	3	3	3
No. de sustratos	2	2	2	2
Prueba	ok	ok	ok	ok

ID película	ZnO:Cu1 6401B	ZnO:Cu2 6402B	ZnO:Cu3 6403B	ZnO:Cu4 6404B
película	ok	ok	ok	ok
Color del plasma	Violeta	Violeta	Violeta	Violeta

Para cuantificar la degradación del AM, se utilizó espectroscopía de absorción UV-Vis. La curva de absorbancia característica para una solución de AM a una concentración de 1×10^{-5} M se muestra en la **Figura 1**, la cual sirvió como referencia para las pruebas de foto degradación.

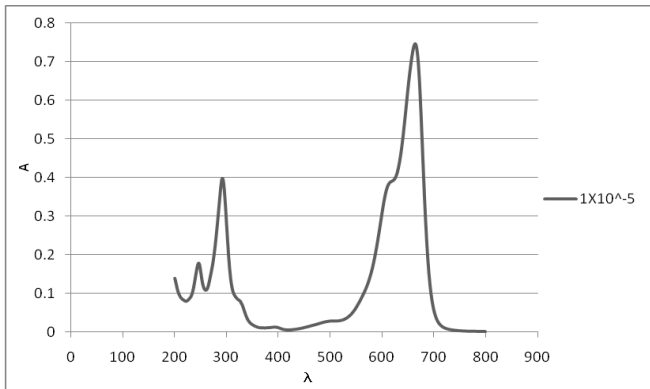


Figura 1 Curva de Absorbancia característica de una solución al 1×10^{-5} M de AM.

3.3 Espectros de absorción bajo diferentes condiciones de irradiación

Se evaluó la respuesta óptica de las películas de ZnO dopadas con cobre (Cu) en diferentes condiciones de iluminación. Las muestras, con tiempos de deposición de Cu de 20, 40, 80 y 60 segundos, fueron sometidas inicialmente a irradiación con luz ultravioleta (UV). Los resultados obtenidos se presentan en la **Figura 2**, donde también se incluye el espectro de una película de referencia sin dopaje con Cu.

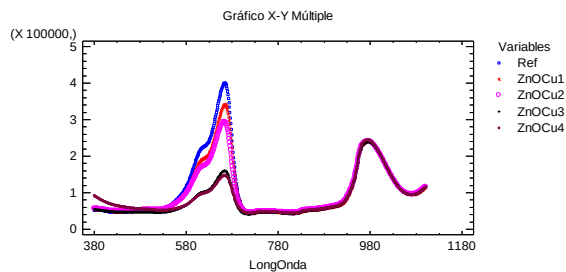


Figura 2 Espectros de absorción de películas de ZnO:Cu1,2,3y4 y una de referencia sin Cu.

Posteriormente, las mismas muestras fueron expuestas a luz blanca (visible). Los espectros de absorción correspondientes se muestran en la **figura 3**, evidenciando diferencias en la respuesta óptica en función del tiempo de deposición del Cu.

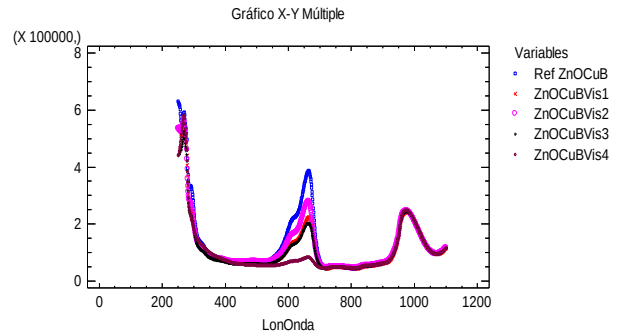


Figura 3 Muestras de las películas de ZnO con 20, 40, 80, 60 s de Cu, respectivamente, excitadas con luz blanca

Finalmente, las películas se irradiaron con luz solar directa al mediodía, condición que proporciona un espectro de irradiación más amplio y realista para aplicaciones prácticas. Los resultados se ilustran en la **Figura 4**, donde se incluyen, además de las muestras dopadas con Cu, una película de referencia sin Cu y otra sin irradiar.

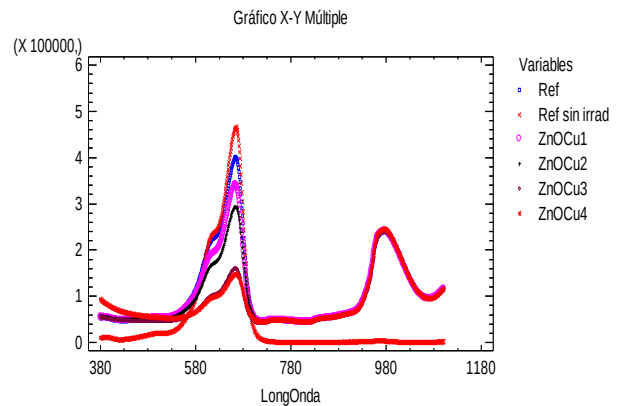


Figura 4 Espectros de absorción de películas de ZnO: Cu1,2,3y4 y una de referencia sin Cu y otra sin irradiar a la luz solar.

3.4 Análisis de resultados

Los espectros de absorción obtenidos bajo irradiación UV, visible y solar muestran que las películas de ZnO modificadas con Cu presentan una mayor absorción en la región visible que las películas de ZnO puro. Este incremento en la capacidad de absorción está directamente relacionado con una mejora en la actividad fotocatalítica, ya que extiende el rango de activación del material más allá del espectro UV, lo cual es crucial para aplicaciones en condiciones de iluminación ambiental.

Durante los ensayos de degradación del azul de metileno (AM) en solución acuosa, las películas dopadas con Cu exhibieron una cinética de decoloración más rápida que la película de referencia sin Cu. Después de 2 horas de exposición, las muestras dopadas alcanzaron niveles de degradación significativamente mayores, lo que confirma el efecto positivo de la modificación estructural y electrónica inducida por el Cu.

Entre todas las formulaciones evaluadas, la muestra ZnO:Cu4 (6404B), correspondiente a un tiempo de deposición de Cu de 80 segundos, mostró el mejor desempeño fotocatalítico, tanto en irradiación UV como bajo luz visible y solar. Este comportamiento sugiere que existe un intervalo óptimo de contenido de Cu que maximiza la generación de especies reactivas de oxígeno sin provocar efectos negativos asociados al exceso de fase metálica.

4 CONCLUSIONES

1. Naturaleza del material obtenido:

Aunque inicialmente se consideró al Cu como dopante, la alta concentración empleada condujo a la formación de un material compuesto ZnO–Cu, más que a un simple ZnO dopado. Esta distinción es relevante para interpretar los mecanismos de fotocatalisis y para futuras optimizaciones de la síntesis.

2. Efecto del Cu en la actividad fotocatalítica:

La incorporación de Cu en las películas de ZnO mejoró significativamente su capacidad para degradar el azul de metileno, reduciendo los tiempos necesarios para alcanzar un nivel alto de degradación. Esta mejora fue consistente bajo irradiación UV, visible y solar.

3. Condición óptima:

La muestra ZnO:Cu4 (6404B) presentó el mejor rendimiento fotocatalítico entre las formulaciones evaluadas, lo que indica que existe un contenido de Cu óptimo que maximiza la eficiencia sin comprometer la estabilidad del material.

4. Aplicaciones potenciales:

Los resultados sugieren que este tipo de películas puede emplearse en recubrimientos fotocatalíticos activos bajo luz solar, lo cual amplía su aplicabilidad en entornos reales, tales como superficies auto limpiantes, purificación de agua y entornos hospitalarios.

5. Perspectivas futuras:

Será necesario investigar la durabilidad y estabilidad del material compuesto ZnO–Cu bajo ciclos prolongados de irradiación y exposición a contaminantes, así como optimizar las condiciones de deposición para obtener un equilibrio ideal entre fase semiconductor y fase metálica.

Referencias

- [1] O. Carp, C.L. Huisman, and A. Reller, "Progress in Solid State Chemistry," *Progress in Solid State Chemistry*, vol. 32, pp. 33–177, 2004.
- [2] D. Chen, M. Sivakumar, and A.K. Ray, "Dev. Chem. Eng. Mineral Process," *Development in Chemical Engineering and Mineral Processing*, vol. 8, no. 5-6, pp. 505–550, 2000.
- [3] A. Di Pola, E. García-López, G. Marci, and L. Palmisano, "Journal of Hazardous Materials," *Journal of Hazardous Materials*, vol. 211-212, pp. 3–29, 2012.
- [4] C.W. Dunnill, A. Kafizas, and I.P. Parkin, "Chem. Vap. Deposition," *Chemical Vapor Deposition*, vol. 18, pp. 89–101, 2012.
- [5] A.M. Huerta-Flores, E. Luévano-Hipólito, L.M. Torres-Martínez *et al.*, "Producción fotocatalítica de H₂ y reducción de CO₂ en Cu, ZnO dopado con Ni:

- efecto del dopaje metálico y vacantes de oxígeno,” *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 30, pp. 18506–18518, 2019. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1007/s10854-019-02204-0>
- [6] D. Li and H. Haneda, “Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry,” *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, vol. 155, pp. 171–178, 2003.
- [7] M. Alrefae, U.P. Singh, and S.K. Das, “Growth Of ZnO Nanostructured Thin Films By Non-Conventional Sol-Gel Method And The Effect Of Annealing Temperature On Its Properties,” *Journal of Physics: Conference Series*, 2021. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1973/1/012069>
- [8] M.A. Ferreira *et al.*, “Materials Science in Semiconductor Processing,” *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol. 108, p. 104887, 2020.
- [9] M. Peláez *et al.*, “Applied Catalysis B: Environmental,” *Applied Catalysis B: Environmental*, vol. 125, pp. 331–349, 2012.
- [10] T. Zhou *et al.*, “Materials Today Communications,” *Materials Today Communications*, vol. 23, p. 100903, 2020.
- [11] L.L. Zhang, L.F. Zhang, and J.G. Xu, “Composición química, actividad antibacteriana y mecanismo de acción de diferentes extractos de espinos blanco (*Crataegus pinnatifida* Bge.),” *Scientific Reports*, vol. 10, p. 8876, 2020. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1038/s41598-020-65802-7>
- [12] Q. Zhang, W. Fan, and L. Gao, “Applied Catalysis B: Environmental,” *Applied Catalysis B: Environmental*, vol. 76, pp. 168–173, 2007.
- [13] Z. Zhang, Y. Yuan, Y. Fang, L. Liang, H. Ding, and L. Jin, “Talanta,” *Talanta*, vol. 73, pp. 523–528, 2007.