



Universidad
Zaragoza

Proyecto Fin de Carrera

Nanorods de ZnO para la desinfección fotocatalítica de bacterias

Síntesis, caracterización y evaluación de su eficiencia
2/2

Autor

MAELA ADAM

Director

JUAN RODRIGUEZ RODRIGUEZ

DEPARTAMENTO FÍSICA DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA
(UNI, LIMA - PERÚ)

Ponente

JOSÉ ÁNGEL PARDO GRACIA

DEPARTAMENTO CIENCIAS Y TECNOLOGÍA DE MATERIALES Y FLUIDOS

Centro Politécnico Superior (CPS)
Ingeniería industrial
2011-2012

ANEXO 1 : Equipo de rociado de la UNI

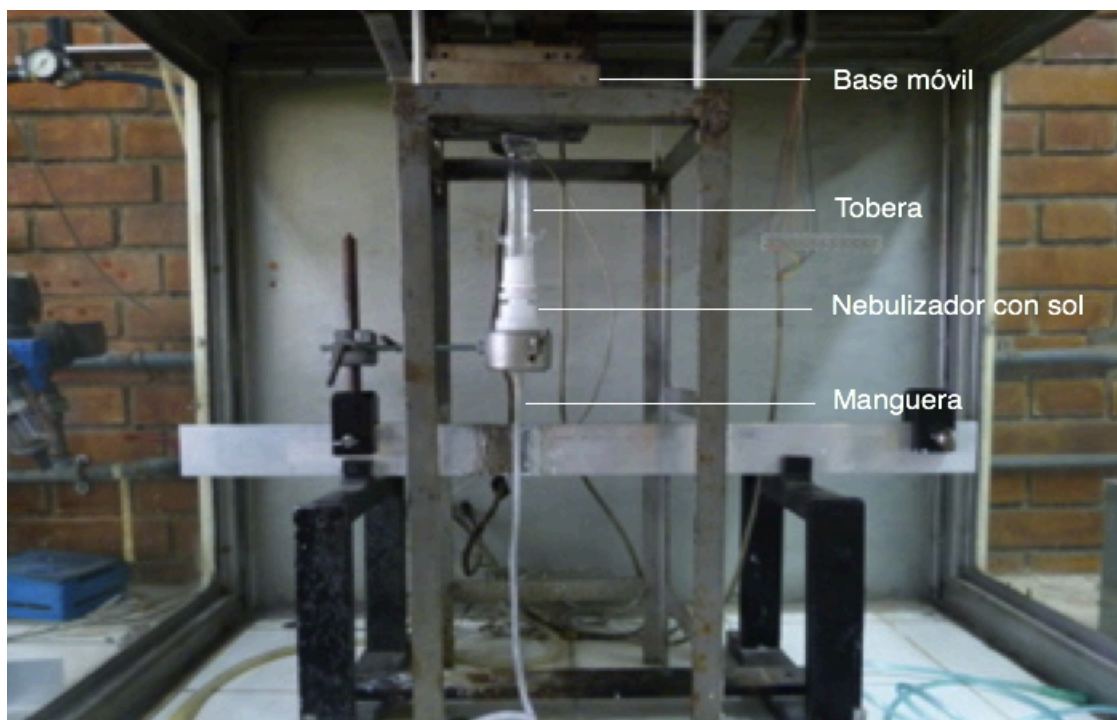


Figura 1 : Elementos del equipo de rociado pirolítico de la UNI



Figura 2 : Vista de la tobera

ANEXO 2 : Lavado de los sustratos de vidrio



Figura 3 : Equipo de baño a ultrasonidos para la limpieza de los soportes de vidrio



Figura 4 : Colocación de los soportes en un vaso conteniendo agua destilada o etanol

ANEXO 3 : Síntesis de la solución de crecimiento



Figura 5 : Formación de un precipitado blanco debido a la sobresaturación de la solución

ANEXO 4 : Dispersión dinámica de la luz

```
**** Brookhaven Instruments Corp.****  
ZetaPlus Particle Sizing Software Version 5.20  
Sample Identification: Zn009-05-2012 (Combined)  
Operator Identification: Maela  
Measurement Date: May 9, 2012  
Measurement Time: 18:42:50  
Batch: 0
```

```
**** Measurement Parameters ****
```

```
Temperature = 24.0  
Suspension = Methanol  
Viscosity = 0.557 cp  
Ref.Index Fluid = 1.325  
Angle = 90.00  
Wavelength = 658.0 nm  
Dust Cutoff = 30.00  
Runs Completed = 5  
Run Duration = 00:00:30
```

Total Elapsed Time = 00:02:30
Average Count Rate = 219.9 kcps
Ref.Index Real = 2.003
Ref.Index Imag = 0.000

**** Multimodal Size Distribution Results ****

Mean Diameter: 4.959
Relative Variance: 0.032
Skew: 12.355

d(nm)	G(d)	C(d)		d(nm)	G(d)	C(d)		d(nm)	G(d)	C(d)
2.6	0	0		20.0	0	100		154.2	0	100
3.1	0	0		24.1	0	100		185.7	0	100
3.8	0	0		29.0	0	100		223.5	0	100
4.5	100	66		35.0	0	100		269.1	0	100
5.5	40	93		42.1	0	100		323.9	0	100
6.6	10	100		50.7	0	100		390.0	0	100
7.9	0	100		61.0	0	100		469.5	0	100
9.5	0	100		73.4	0	100		565.2	0	100
11.5	0	100		88.4	0	100		680.4	0	100
13.8	0	100		106.4	0	100		819.1	0	100
16.6	0	100		128.1	0	100		986.1	0	100

Figura 6 : Ejemplo de reporte entregado por el programa del equipo de DLS. Se observa que el diámetro promedio de las partículas para este ensayo es 4,9 nm.

ANEXO 5 : Microscopio electrónico de barrido



Figura 7 : El profesor Clemente LUYO delante del SEM (FEG-SEM ZEISS SUPRA. 40) de la UNI.

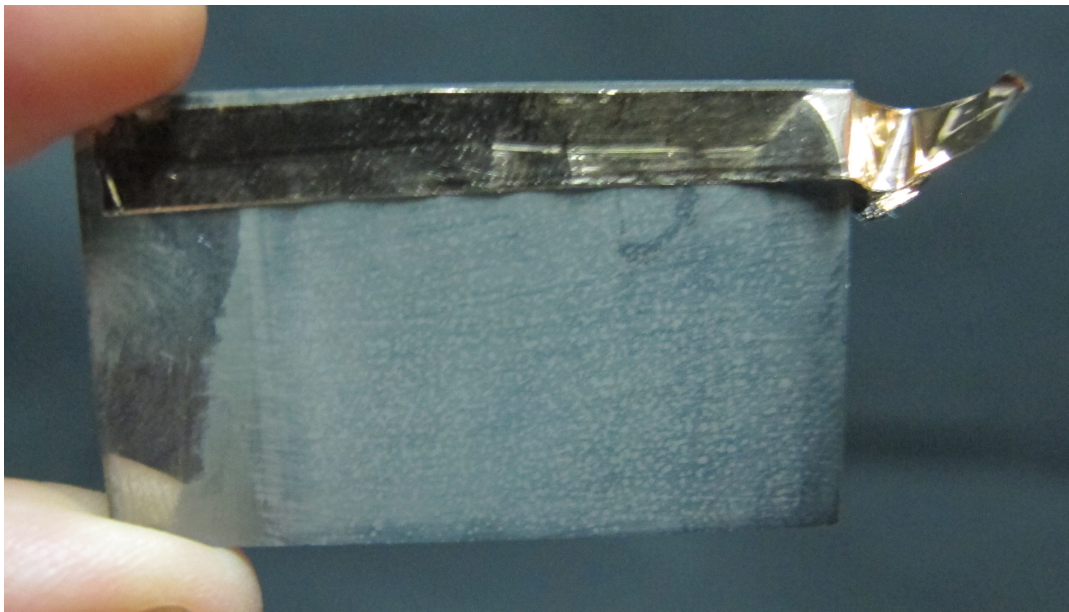


Figura 8 : Muestra de nanorods con su tira de cobre pegada, después de la observación con el SEM.



Figura 9 : Para cortar las muestras con el fin de observar su sección transversal, se empleó un sistema de corte por resistencia “casero”. Una cara del vidrio se calienta por la resistencia mientras que se proyecta aire frío sobre la otra. Se produce entonces un choque térmico que conduce a la rotura.

ANEXO 6 : Prueba de desinfección fotocatalítica con Rhodamina B



Figura 10 : Componente orgánico Rhodamina B en polvo, utilizado en la prueba de desinfección.



Figura 11 : Dilución del polvo de Rodamina en 1L de agua destilada y toma de muestras de 50mL y 25mL.

ANEXO 7 : Cultivo de las bacterias E-Coli.

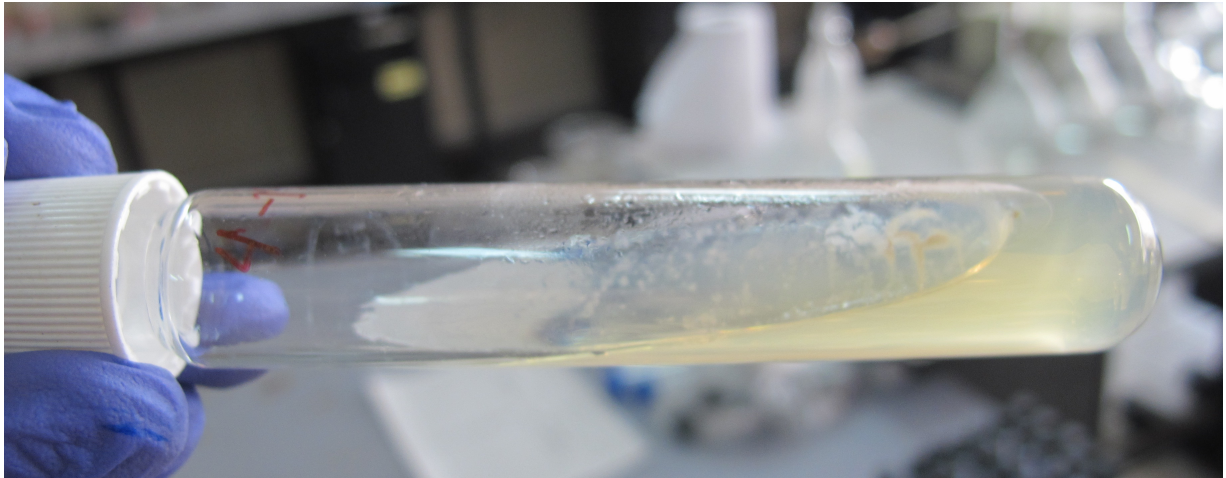


Figura 12 : Tubo con jalea en el cual se coloca una parte de las bacterias sacadas del cultivo.



Figura 13 : El resto de las bacterias del cultivo se ponen en otros tubos. La siguiente etapa es la división de las bacterias por centrifugación.

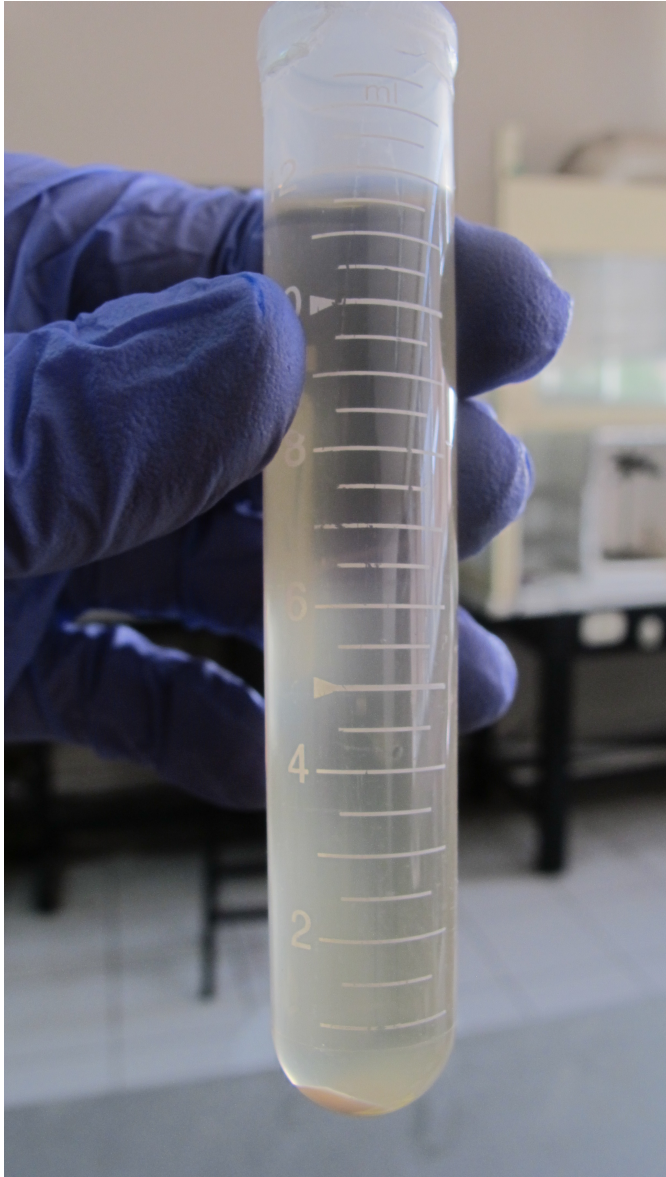


Figura 14 : Un tubo después de la centrifugación : la jalea ha sido separada de las bacterias, que se aperciben en el fondo del tubo bajo la forma de polvo.

ANEXO 8 : Sistema experimental de desinfección fotocatalítica



Figura 15 : Los 3 vasos de la prueba se colocan en un espacio cerrado y oscuro, debajo de una lámpara UV-Visible, de tal manera que todos estén irradiados con la misma intensidad de luz.

ANEXO 9 : Procedimiento experimental

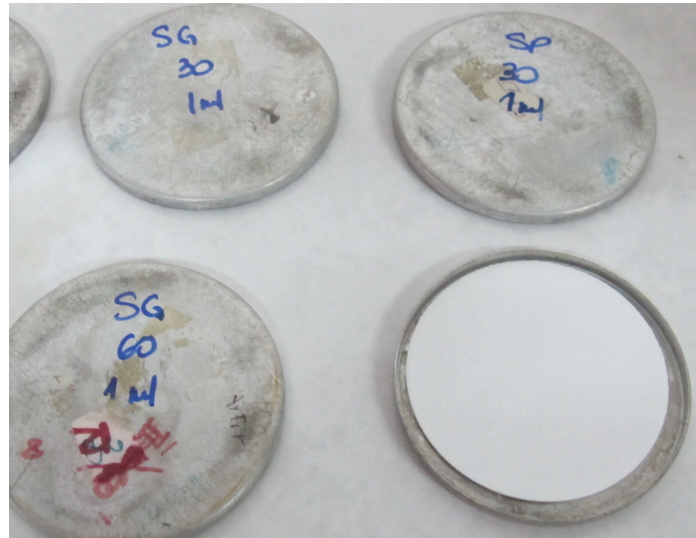


Figura 16 : Colocación de una almohadilla absorbente en cada una de las cajas del experimento.

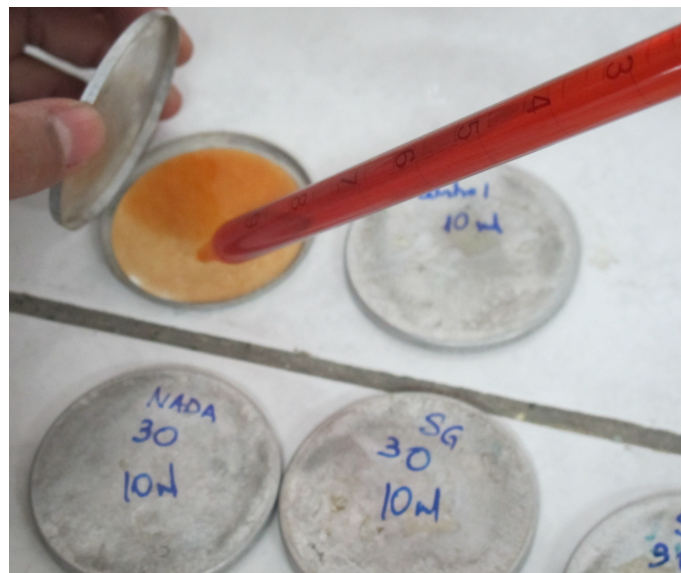


Figura 17 : Añadido de 2,5mL del medio cultivo Lauril Sulfato

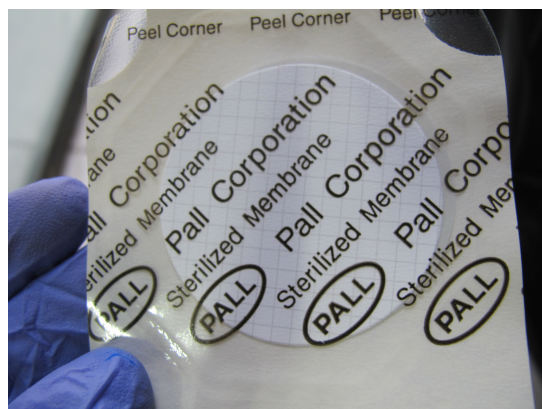


Figura 18 : Filtros utilizados para pillar las bacterias E-Coli.



Figura 19 : Equipo de filtración en vacío.

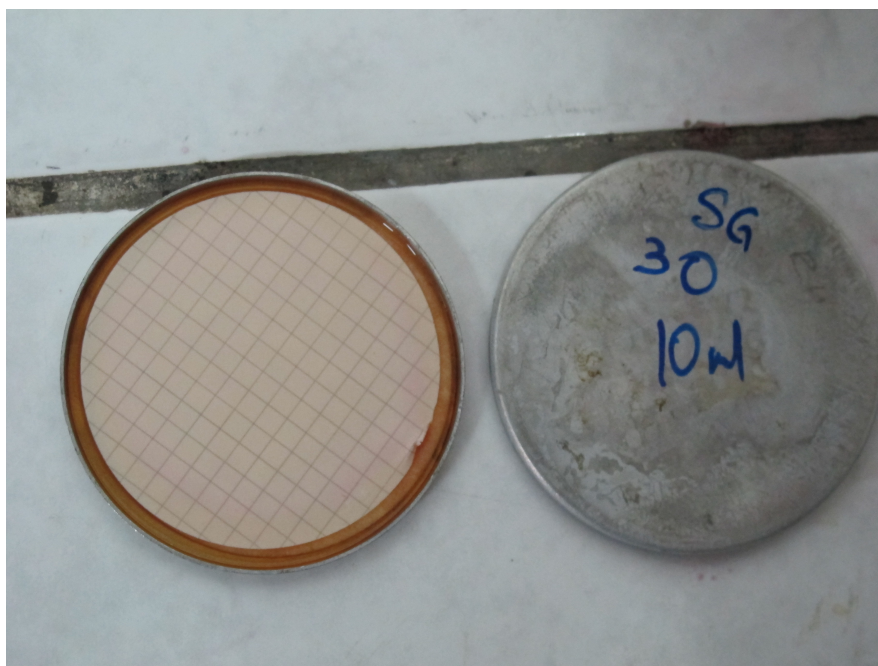


Figura 20 : Última etapa : colocación del filtro con las bacterias en la caja apropiada. Solo falta esperar su aparición, en la incubadora a 37°C.

ANEXO 10 : Cristalización de las muestras

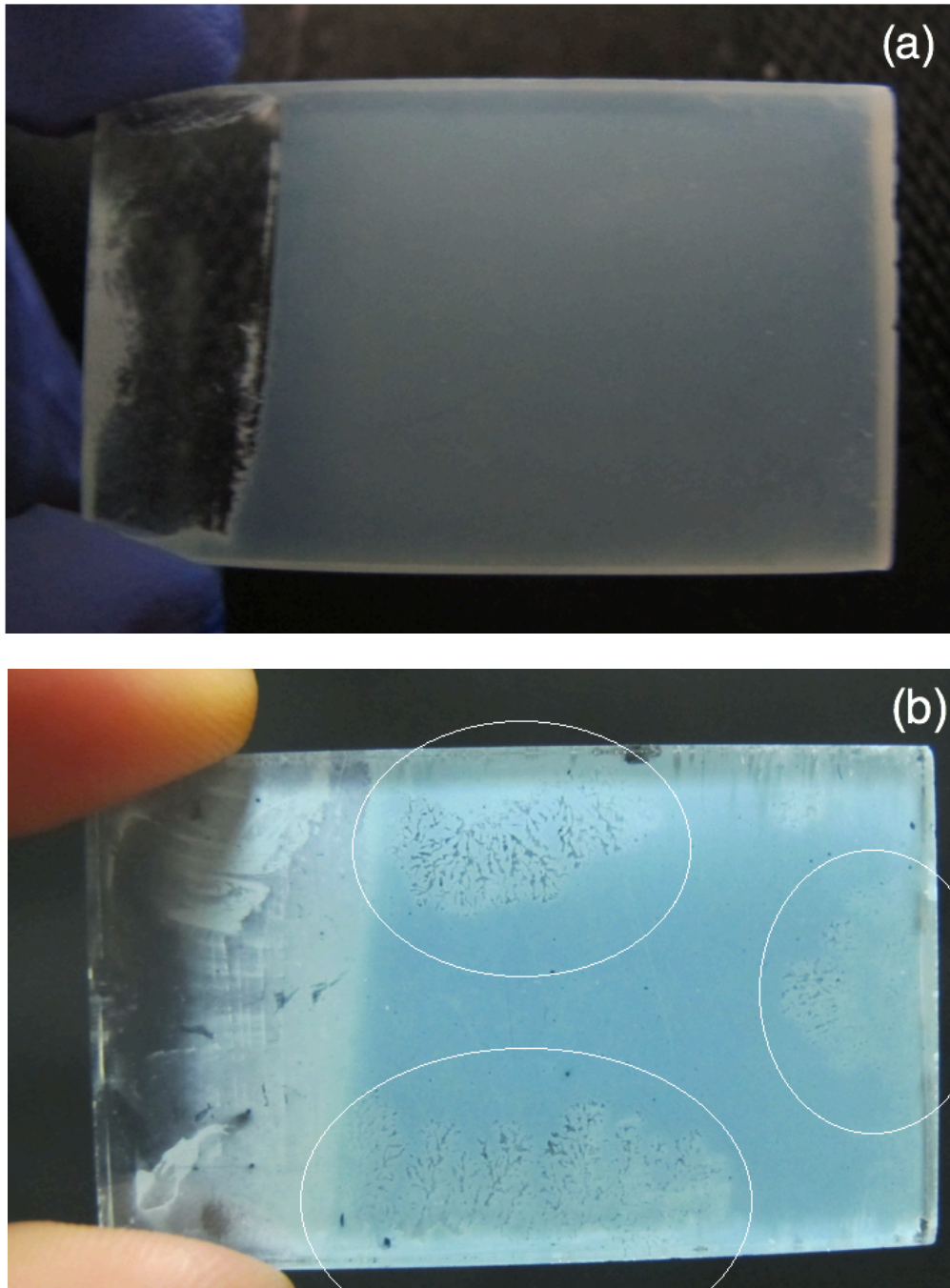


Figura 21 : Comparación de una muestra normal (a) y con ramificaciones de cristales (b).

ANEXO 11 : Película de nanorods sobre soportes de plástico PET

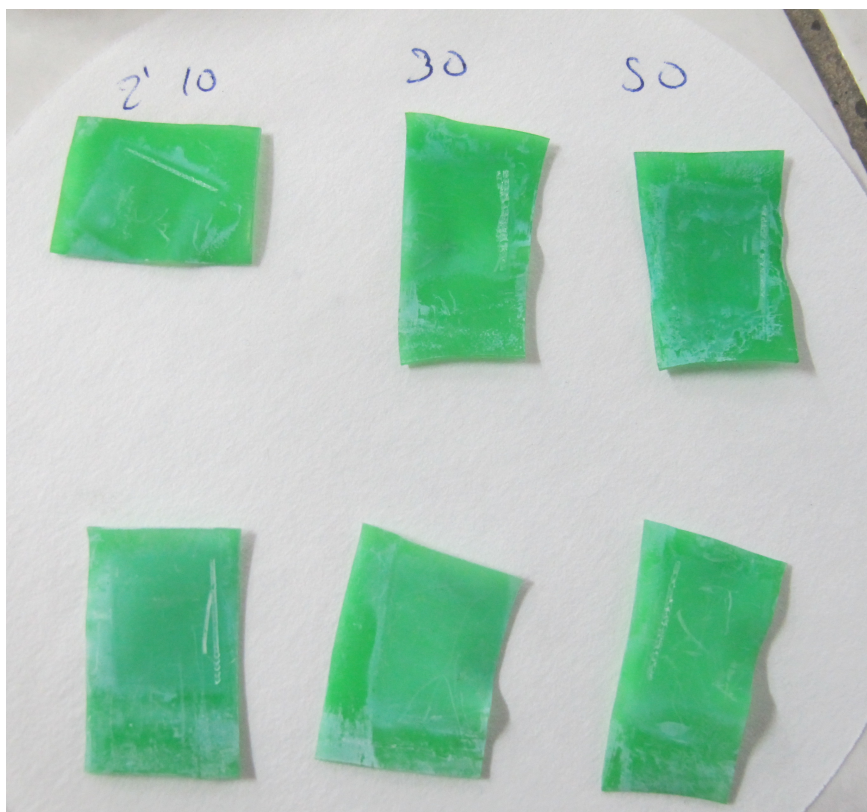


Figura 22 : Soportes de plástico PET, rociados a partir de una solución de *Sol-Gel* y bañados con una solución de crecimiento. Se notan los nanorods por la presencia de huellas blancas en su superficie.

Durante este proyecto, se comenzó a estudiar la influencia de otro material de sustrato sobre el crecimiento de los nanorods.

Se cortaron, a partir de botellas de plástico PET, soportes de tamaño 35*20mm (dimensiones idénticas a los soportes de vidrio utilizados), que se trataron químicamente, con una solución de 1g de NaOH en 100mL de alcohol a 50°C, durante tres tiempos distintos : 2 minutos, 5 minutos y 15 minutos. Este tratamiento sirvió para dar rugosidad a la superficie del plástico y que las semillas rociadas puedan adherir fácilmente. Luego, se rociaron 10, 30 y 50 capas como se puede observar en la figura 22.

Este estudio se comenzó con el objetivo de primero, observar el modo de crecimiento de los nanorods de ZnO sobre un sustrato diferente, cambiando parámetros de tratamiento superficial y posteriormente, como influía el espesor de la capa semilla de ZnO rociada sobre el plástico así como la distancia de rociado en el crecimiento de los nanorods.

Infortunadamente, por falta de tiempo y de disponibilidad del SEM, se debió abandonar los estudios pendientes.

ANEXO 12 : Estudio de los nanorods con Espectroscopía UV-Vis

Se iniciaron varios análisis de las muestras de nanorods con el espectrofotómetro UV-Visible, siguiendo el mismo procedimiento que en el caso de la caracterización de las semillas de ZnO en el sol.

El objetivo era estudiar la influencia de los parámetros examinados (número de capas y distancia de rociado) sobre el crecimiento de los nanorods por el análisis de la transmitancia de las muestras.

Se obtuvieron unas curvas que se pueden observar en Figura 23 y 24:

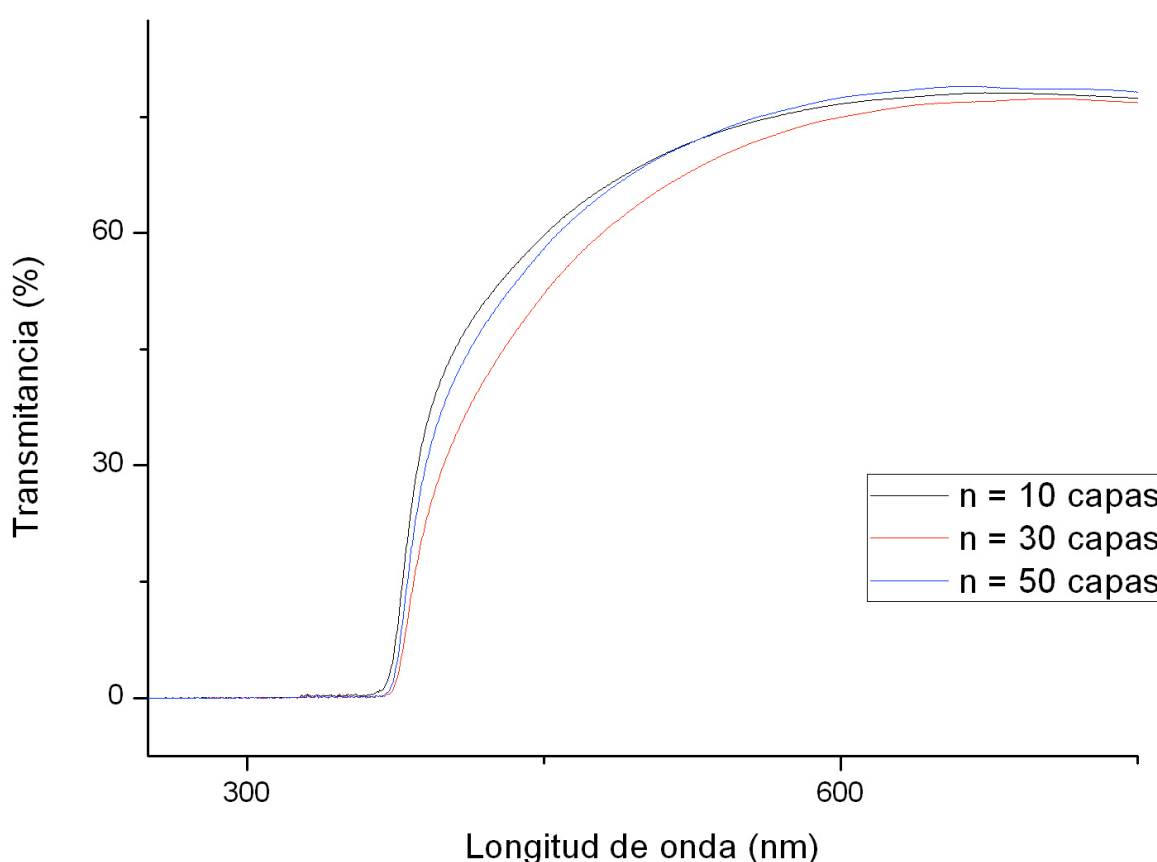


Figura 23 : Curvas de transmitancia de las muestras en función de la longitud de onda λ , para los tres casos de espesor de capa semilla (10, 30 y 50 capas).

Para los casos 10 y 30 capas, se nota que cuando más capas semillas son rociadas, la transmitancia disminuye. Este comportamiento es lógico : se sabe que con más espesor de la capa semilla, la densidad de nanorods aumenta y se vuelven más desorganizados, lo que significa que la luz tiene más dificultades para atravesar la película. Sin embargo, la curva obtenida para 50 capas parece errónea ya que se sitúa por encima de las 2 otras.

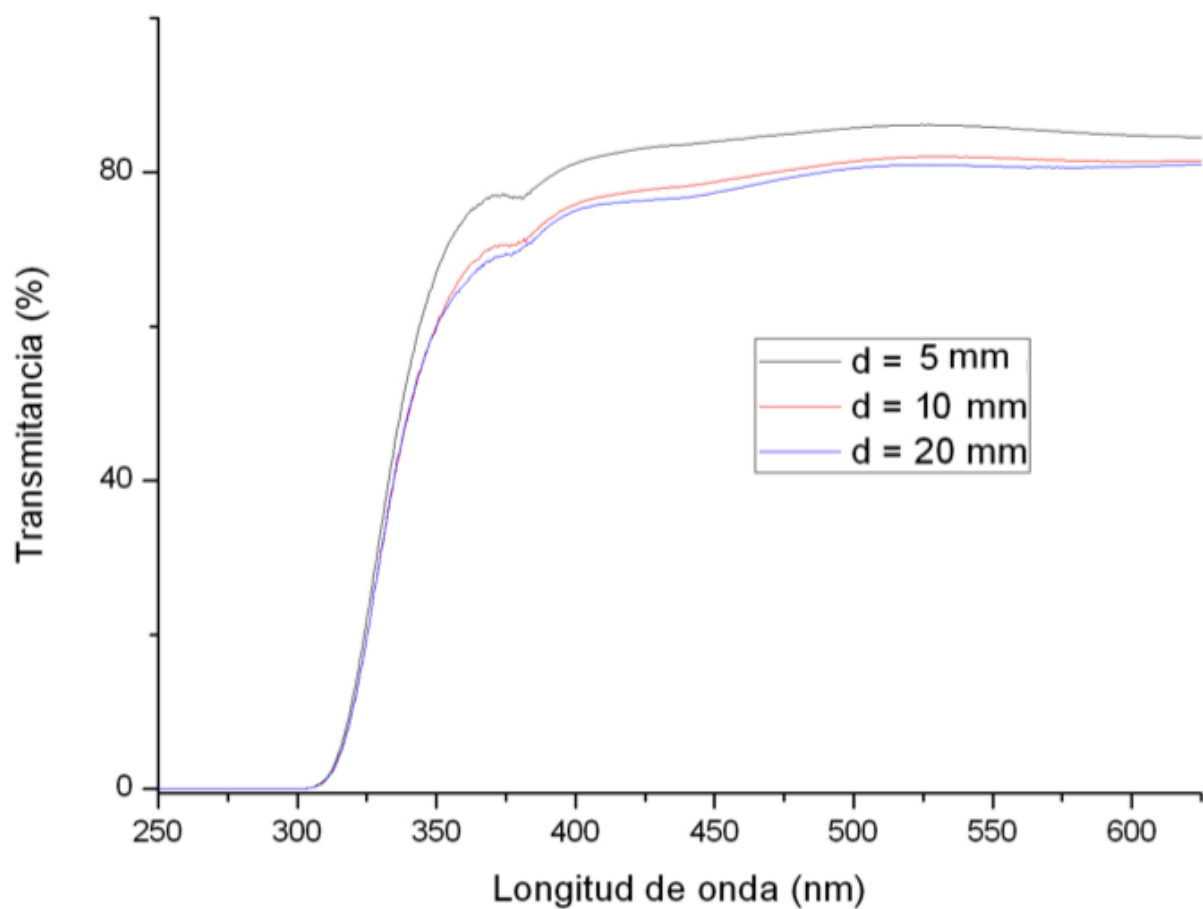


Figura 24 : Curvas de transmitancia de las muestras en función de la longitud de onda λ , para los tres casos de distancia de rociado (5, 10, 20 mm).

Aquí, se ve claramente que cuando se aumenta la distancia de deposición de las semillas, la transmitancia disminuye. En efecto, se observó que cuando se aleja la tobera del soporte, la homogeneidad y la orientación cristalina también decrecen. Los nanorods se vuelven entonces desalineados y enredados y le cuesta a la luz esparcir la muestra.