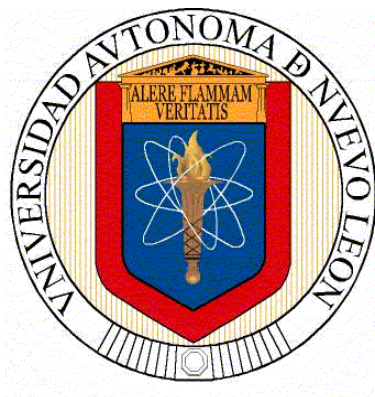


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**



TESIS

**SÍNTESIS DE PARTÍCULAS TIPO JANO DE ÓXIDO DE
ALUMINIO/ÓXIDO DE ZINC Y SU EVALUACIÓN COMO MICROMOTOR**

PRESENTA

FERNANDA NALLELY GARCÍA DE LA CRUZ

**COMO REQUISITO PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRÍA EN CIENCIAS
CON ORIENTACIÓN EN QUÍMICA DE LOS MATERIALES**

JUNIO 2023

**SÍNTESIS DE PARTÍCULAS TIPO JANO DE ÓXIDO DE ALUMINIO/ÓXIDO
DE ZINC Y SU EVALUACIÓN COMO MICROMOTOR.**

Aprobación de la tesis:

**Dr. Alejandro Vázquez Dimas
Presidente**

**Dra. Yolanda Peña Mendez
Secretaria**

**Dr. Sergio Alberto Obregón Alfaro
Vocal**

**DRA. MARÍA ELENA CANTÚ CÁRDENAS
Sub-Directora de Posgrado**

SÍNTESIS DE PARTÍCULAS TIPO JANO DE ÓXIDO DE ALUMINIO/ÓXIDO DE ZINC Y SU EVALUACIÓN COMO MICROMOTOR.

Revisión de la tesis:

**Dr. Alejandro Vázquez Dimas
Asesor**

**Dra. Yolanda Peña Mendez
Comité Tutorial**

**Dr. Sergio Alberto Obregón Alfaro
Comité Tutorial**

**Dra. Nora Aleyda García Gómez
Comité Tutorial**

**DRA. MARÍA ELENA CANTÚ CÁRDENAS
Sub-Directora de Posgrado**

DEDICATORIA

***“A mi yo del pasado, que no creyó que llegaría tan lejos.
A mi yo del futuro, para que recuerde dónde estuvo.”***

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma de Nuevo León, a la Facultad de Ciencias Químicas. al Centro de Investigación en Biotecnología y Nanotecnología y a Consejo Nacional de Humanidades Ciencias y Tecnologías, por los recursos brindados que me hicieron posible la elaboración de este proyecto.

Primeramente, agradezco al Dr. Alejandro Vázquez Dimas, por aceptarme en su grupo de investigación desde los inicios de mis estudios en licenciatura, y aceptarme nuevamente en mis estudios de maestría. Le agradezco que más que ser un mentor, a lo largo de estos años se convirtió en una persona muy importante para mí, pues supo escucharme y aconsejarme en los momentos difíciles de la carrera y de mi vida personal. Sin su motivación no hubiese terminado en donde estoy.

A la Dra. Gabriela Amor de Jesús, que lo que empezó como un asesoramiento en licenciatura se convirtió no sólo en una figura de inspiración, sino en una amiga del dedo chiquito, la cual espero seguir conservando a lo largo del tiempo. Le agradezco inmensamente que siempre estuvo para aguantar mis crisis existenciales, aconsejarme, darme ánimos para seguir adelante y brindándome un hombro para llorar.

Al Dr. Edgar Alejandro Ferreira Domínguez que en diversas etapas del proyecto me brindó de su apoyo y conocimiento, que nuestra convivencia a pesar de iniciar como compañeros del Team Dimas, fue creciendo en una amistad verdadera.

Al Team Dimas, que más que un grupo de investigación se volvió como una familia. Siempre he creído que tuve suerte de encontrar a este grupo de investigación, porque no creo poder sentirme más aceptada e identificada en algún otro lugar.

Agradezco a Maridely Oviedo por aparecer en segundo semestre de licenciatura y presentarme al Team Dimas. También por seguir siendo compañeras en maestría, que más que compañera de clase se volvió mi mejor amiga. Le agradezco que, a pesar de todas las peleas, siempre tuvimos los medios para pedirnos disculpas.

Agradezco a Abner Zárate que, desde segundo semestre de licenciatura, se volvió una persona importante en mi vida, al grado de sentirlo más como parte de mi familia que un amigo. Le agradezco profundamente todo su apoyo incondicional, todos sus regaños, sus consejos, sus asesorías a medianoche y sobre todo su profunda fe en mí para motivarme a seguir adelante y crecer. Siempre estuvo ahí para mí y quiero decirle que yo también estaré siempre para él.

A Jorge Limón que, a pesar de estar intermitente en este camino, me motivó a seguir mis sueños y superarme no sólo como LQI, sino también como persona. Gracias por todo el amor y cariño que me has dado a lo largo de todo nuestro tiempo juntos. Gracias por seguir apoyándome en mis proyectos a futuro, espero sigas siendo parte de ellos y yo de los tuyos.

A mis amigos Larrisa Estrada y Damian Lastra, que siempre estuvieron presentes a lo largo de mis estudios de posgrado, escuchándome y buscando la manera de distraerme en mis momentos de mayor estrés, gracias por todas las frases motivacionales que me dieron, por todas las invitaciones a comer y cenar para charlar de nuestras vidas. Espero nuestra amistad siga perdurando a través del tiempo.

A mis amigos de Matehuala, Alejandro Bustamante, Carlos Salinas, Daniel Muñoz, Raúl Mata, Carmen Villasana, Ehitel Torres y Juan Vázquez que a pesar de la distancia

siempre que nos volvemos a ver es como si el tiempo no hubiera pasado, y que siempre me motivaron a llegar cada vez más lejos.

Y, por último, agradezco inmensamente a mi familia, siempre han estado ahí, siempre me apoyaron, siempre supieron darme mi espacio en días de estrés, siempre supieron darme abrazos cuando más lo necesitaba, me enseñaron que el que persevera alcanza, me inculcaron el amor a Dios, me inspiran a seguir creciendo y seguir cumpliendo mis metas de vida, gracias a ellos, a su esfuerzo, a su trabajo y sacrificios es que puedo estar aquí. Les debo todo lo que soy y lo que me falta por ser, decir que los amo demasiado realmente se queda corto.

TABLA DE CONTENIDO

1	INTRODUCCIÓN.....	13
1.1	Materiales funcionales	13
1.2	Micro/nanomotores	15
1.3	Partículas Jano	16
1.4	Mecanismos de movimiento	19
1.5	Seguimiento de partículas	21
1.6	Aplicaciones de las partículas Jano.....	23
1.7	Justificación.....	24
2	ANTECEDENTES.....	25
2.1	Análisis Crítico de la literatura.....	30
2.2	Aportación Científica	31
2.3	Hipótesis	31
2.4	Objetivos.....	31
3	MATERIALES Y MÉTODOS	33
3.1	Material y equipo.....	33
3.2	Parte experimental	34
3.2.1	Síntesis de partículas de SiO ₂	34
3.2.2	Síntesis de partículas de @SiO ₂ /AlO(OH)	34
3.2.3	Síntesis de partículas tipo Jano de SiO ₂ @Al ₂ O ₃ /ZnO	35
3.2.4	Evaluación como micromotor	36
3.2.5	Análisis de seguimiento de nanopartículas	36
3.3	Disposición de residuos	38
4	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	39
4.1	Síntesis de partículas de SiO ₂	39
4.2	Síntesis de partículas de SiO ₂ @AlO(OH).....	40
4.3	Síntesis de partículas tipo Jano de SiO ₂ @Al ₂ O ₃ /ZnO.....	43
4.4	Evaluación como micromotor	46
5	CONCLUSIONES	50
6	REFERENCIAS	51

LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1 Ilustración del dios romano Jano, y partículas Jano con diferentes morfologías.</i>	18
<i>Figura 2 Mecanismos de movimiento en las partículas Jano.</i>	20
<i>Figura 3 Esquema de la técnica de análisis de seguimiento de nanopartículas.</i>	22
<i>Figura 4 Micrografía de partículas de SiO₂ obtenidas por el método Stöber.</i>	40
<i>Figura 5 Espectro FT-IR de partículas de SiO₂@AlO(OH).</i>	41
<i>Figura 6 Espectro de difracción de partículas de SiO₂@AlO(OH).</i>	42
<i>Figura 7 Micrografías de partículas de SiO₂@AlO(OH).</i>	43
<i>Figura 8 Espectro UV-vis de los depósitos de SiO₂@AlO(OH) y SiO₂@AlO(OH)/Zn(OH)₂.</i>	45
<i>Figura 9 Imagen TEM (a)partículas tipo Jano de SiO₂@Al₂O₃/ZnO obtenidas (b)representación esquemática de partícula Jano de SiO₂@Al₂O₃/ZnO.</i>	46
<i>Figura 10 Secuencia de imágenes tomadas por microscopio óptico de las partículas SiO₂@AlO(OH)/Zn(OH)₂.</i>	47
<i>Figura 11 Imagen generada por medio del proceso de análisis de imagen.</i>	49

LISTA DE TABLAS

<i>Tabla 1 Disposición de residuos generados.</i>	<i>38</i>
--	-----------

LISTA DE ECUACIONES

<i>Ecuación 1 Reacción de ZnO en presencia de H₂O₂.....</i>	<i>48</i>
---	-----------

NOMENCLATURA

°C	Grado Celsius
Al(NO ₃)	Nitrato de aluminio
Al ₂ O ₃	Óxido de aluminio
Al ³⁺	Ion de aluminio (III)
AlO(OH)	Oxihidroxi de aluminio
CH ₃ COCH ₃	Acetona
C ₂ H ₆ O	Etanol
C ₃ H ₈ O	Isopropanol
CIByN	Centro de Investigación en Biotecnología y Nanotoxicología
CO ₂	Dióxido de carbono
DLS	Microscopía electrónica y la dispersión dinámica de luz
DRX	Difracción de rayos X
Fe ₂ O ₃	Óxido de hierro (III)
Fe ₂ O ₃ /Al ₂ O ₃	Óxido de hierro (III)/ Óxido de aluminio
g	Gramo
h	Hora
H ⁺	Iones de hidrógeno
H ₂ O ₂	Peróxido de hidrógeno
L	Litro
LDH	Hidróxidos dobles laminares
M	Molaridad
mg	Miligramo
MgO	Óxido de magnesio
min	Minuto
mL	Mililitro
MnO ₂	Óxido de manganeso (IV)
NaOH	Hidróxido de sodio
NH ₄ OH	Hidróxido de amonio
NTA	Técnica de análisis de seguimiento de nanopartículas
PMMA	Polimetilmetacrilato
ppm	Partes por millón
PVD	Deposición física en la Fase de Vapor
rpm	Revoluciones por minuto
s	Segundos
SEM	Microscopía electrónica de barrido
SiO ₂	Dióxido de silicio
SiO ₂ @AlO(OH)	Partículas tipo núcleo (dióxido de silicio)-coraza (oxihidroxi de aluminio)
SiO ₂ @AlO(OH)/Zn(OH) ₂	Partículas tipo núcleo (dióxido de silicio)-coraza (oxihidroxi de aluminio)/(hidróxido de zinc)
SiO ₂ @AlO(OH)/ZnO	Partículas tipo núcleo (dióxido de silicio)-coraza (oxihidroxi de aluminio)/(óxido de zinc)
TEM	Microscopía electrónica de transmisión
TiO ₂	Óxido de titanio
UV	Energía Ultravioleta

v/v
 Zn(OH)_2
 ZnO
 ZnO_2
 $\mu\text{m/s}$

Volumen/ volumen
Hidróxido de zinc
Óxido de zinc
Peróxido de zinc
Micrómetros por segundo

CAPÍTULO 1

1 INTRODUCCIÓN

1.1 Materiales funcionales

En los últimos años, ha existido una creciente demanda en la producción de materiales que puedan realizar ciertas funciones y cambiar sus propiedades en respuesta a estímulos externos. Los materiales funcionales son aquellos que tienen propiedades físicas y químicas controlables y modificables que les permiten funcionar en una amplia gama de aplicaciones (1).

Existen diversos tipos de materiales funcionales, que pueden estar formados por matrices metálicas, cerámicas o poliméricas. Algunos ejemplos son los hidróxidos dobles laminares (siglas en inglés LDH) (2), grafdiino (3), nanopartículas de óxidos metálicos, como lo son el Al_2O_3 (4), ZnO (5); entre otros.

Las innovaciones en el uso de materiales funcionales también han llevado al desarrollo de nuevos materiales capaces de realizar múltiples funciones simultáneamente, es por ello por lo que se ha llevado a cabo la búsqueda de nuevos nanomateriales inteligentes con propiedades y funcionalidades deseadas, lo que abre un nuevo enfoque dirigido a la producción de nanopartículas.

Las nanopartículas son aquellas partículas que poseen al menos una de sus dimensiones en el rango de 1 a 100 nanómetros y cuyas propiedades físicas y químicas difieren de las de las partículas a gran escala, esto debido, a su pequeño tamaño y su alta relación superficie-volumen. Estas características incluyen una mayor reactividad química, así como una mayor superficie de contacto con el medio ambiente y, por lo tanto, mayor capacidad para atravesar barreras biológicas como las membranas celulares y capilares. Estas propiedades han hecho posible el uso de nanopartículas en una variedad de industrias y campos, incluidos la electrónica, la medicina, la energía y la industria (6).

Las nanopartículas pueden interactuar con estructuras celulares y subcelulares debido a sus dimensiones similares. Es por ello por lo que es de suma importancia la recuperación de las nanopartículas después de realizar su aplicación, pues si el material no es recuperado, a largo plazo pudiese provocar problemas de salud y medioambientales (7). Sin embargo, esto implica un costo adicional para la aplicación del material.

Los métodos de recuperación de nanopartículas son cruciales para maximizar su rendimiento y minimizar su impacto en el medio ambiente. En general, la elección del método de recuperación de nanopartículas depende de la naturaleza de las nanopartículas, el medio líquido, la cantidad y eficiencia requerida y la aplicación prevista. Existen diversos métodos para la recuperación de partículas, como

sedimentación (8), filtración por gravedad (9), filtración a presión(9), el método de adsorción (10), etc.

Este último se usa comúnmente para recuperar nanopartículas de soluciones acuosas, ya que el agua es un medio muy común para las nanopartículas en aplicaciones industriales. Además, la adsorción puede ayudar a eliminar las impurezas y los contaminantes asociados con las nanopartículas, lo que podría mejorar su calidad y eficiencia en futuras aplicaciones.

1.2 Micro/nanomotores

Las partículas tipo micromotor son un tipo de nanopartículas que presentan propiedades de movimiento autónomo. Estas partículas son capaces de convertir la energía externa, como la luz o un campo magnético, en energía cinética, lo que les permite moverse y realizar tareas específicas en el medio acuoso (11). Incluso, dichas propiedades se pueden utilizar para dirigir las partículas a puntos específicos y recuperarlas de manera más eficiente.

La estructura de las partículas tipo micromotor consta de varios componentes clave, incluidos el núcleo, el revestimiento y los elementos propulsores. El núcleo de la partícula suele estar hecho de materiales magnéticos o fotocatalíticos, mientras que el revestimiento protege la estructura de la partícula y le permite interactuar con el medio ambiente (12).

El elemento propulsor de la partícula tipo micromotor es lo que permite que la partícula se mueva. Los elementos de propulsión comunes incluyen burbujas de aire, flagelos, hélices y otras partes móviles impulsadas por energía externa (13).

Las partículas tipo micromotores tienen una amplia gama de aplicaciones potenciales en medicina, ingeniería y ciencia de los materiales. Por ejemplo, estas partículas se han utilizado para la liberación controlada de fármacos, la eliminación de contaminantes en el agua y la construcción de microdispositivos (14).

Existen múltiples tipos de micromotores con diversas geometrías como, por ejemplo, tubulares, semicónicas, varillas y esféricas (15). Aunque, sólo hay cuatro categorías básicas que son: dímeros esféricos, huecos, nanomotores con asimetría intrínseca y Jano(16).

1.3 Partículas Jano

Las partículas anisotrópicas son materiales que tienen una forma asimétrica y diferentes propiedades en diferentes direcciones. La anisotropía puede ser causada por la geometría de la partícula, su estructura cristalina o la orientación de los dipolos magnéticos en su superficie. Este tipo de partícula posee propiedades ópticas, magnéticas y mecánicas únicas, lo que las hace prometedoras en nanotecnología e ingeniería de materiales.

En nanotecnología, las partículas anisotrópicas se utilizan para crear materiales compuestos con propiedades controlables. En la ingeniería de materiales, las partículas anisotrópicas se utilizan para aumentar la resistencia y la durabilidad de los materiales compuestos, como metales y polímeros, mediante la creación de microestructuras altamente ordenadas que mejoran la transferencia de calor y las capacidades de transporte de carga (17).

El nombre de las partículas Jano fue asignado por Pierre-Gilles de Gennes en su discurso de premio Nobel (18) donde menciona que, por sus características anisotrópicas las partículas Jano son relacionadas con en el antiguo mito romano, que habla del dios Jano que tenía dos caras, una que mira hacia el futuro y otra al pasado. Estas partículas son consideradas en una clase única, por su combinación de dos diferentes funciones químicas o físicas en sus lados opuestos. Sus características de asimetría, les permiten autoensamblarse en materiales sofisticados no alcanzables por sus contrapartes homogéneas (16).

Las nanopartículas Jano, tienen una estructura asimétrica con dos regiones distintas en cada extremo. Cada una de estas regiones se puede funcionalizar con diferentes grupos químicos, lo que hace que las partículas Jano sean extremadamente versátiles. Una característica de estas nanopartículas es que su estructura les permite interactuar selectivamente con diferentes moléculas o células. Por ejemplo, una de las caras puede estar diseñada para interactuar con una célula específica, mientras que la otra cara puede tener diferentes

propiedades, como la capacidad de transportar moléculas terapéuticas. Es por ello por lo que las partículas Jano son útiles en una variedad de aplicaciones, incluidas la biomedicina, la electrónica, administración de fármacos, la industria alimentaria para la detección de patógenos y la catálisis de síntesis química (19).

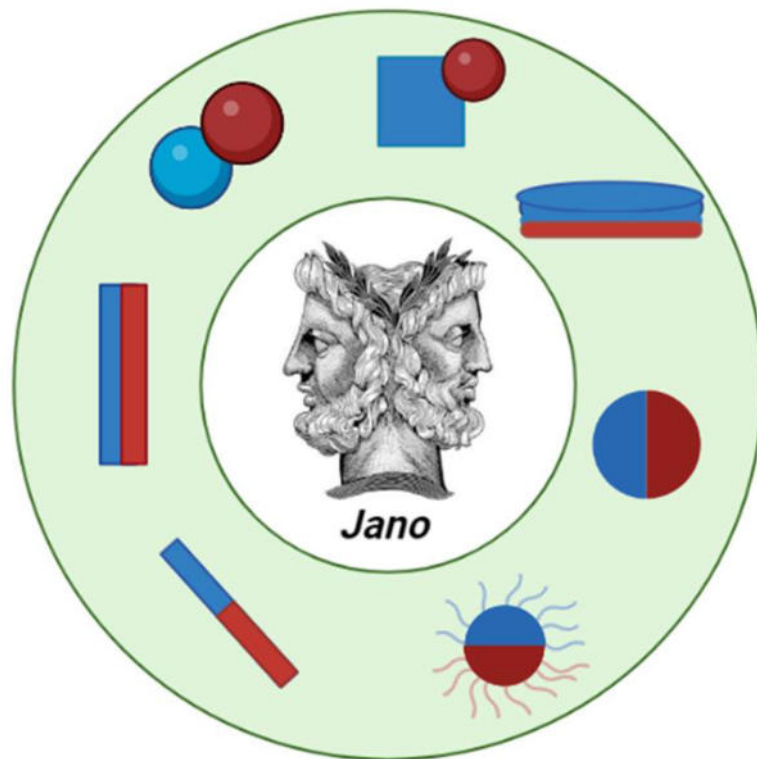


Figura 1 Ilustración del dios romano Jano, y partículas Jano con diferentes morfologías.

Las partículas tipo Jano se pueden crear con diversas formas, como se observa en la Figura 1, por ejemplo, con forma de pesas, vesículas, cilíndricas, discos, o tipo "monos de nieve", entre otras. No obstante, las más comunes son las partículas Jano esféricas, conformadas típicamente con una mitad hidrofóbica y la otra mitad hidrofílica (20). En los micro y nanomotores Jano, cada uno de sus hemisferios ejerce un papel diferente. Uno de los lados se encarga de la

capacidad de propulsión, esto reaccionado con combustible o estímulos externos. En cambio, el otro hemisferio se puede modificar dependiendo aplicación para lo cual fue diseñado el material.

Los micromotores esféricos tipo Jano, son accionados principalmente por reacciones químicas y fenómenos físicos tales como, propulsión de burbujas, autoelectroforésis y autodifusioforésis (15). Los micromotores impulsados químicamente requieren de un combustible y una composición específica de su superficie. Por otro lado, los micromotores también pueden ser propulsados por energía física, por medio de la interacción con campos magnéticos, campos eléctricos, ultrasonido o luz (21). En la Figura 2, se muestran diferentes tipos de mecanismos de movimiento que presentan los micromotores tipo Jano.

1.4 Mecanismos de movimiento

Estos son solo algunos de los mecanismos de propulsión que pueden presentar las partículas Jano, y cada uno de ellos puede tener diferentes aplicaciones dependiendo de las propiedades de los materiales y del método de síntesis utilizado.

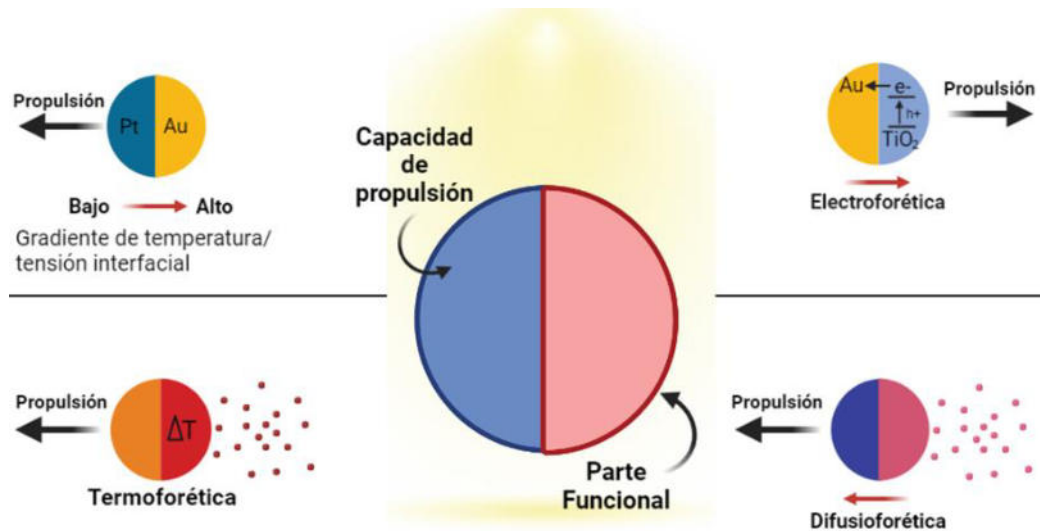


Figura 2 Mecanismos de movimiento en las partículas Jano.

Micromotores basados en burbujas: estos micromotores funcionan generando burbujas de forma electroquímica o fotoquímica. Las burbujas crean un flujo fluido que desplaza las partículas (22).

Micromotores de propulsión química: estos micromotores se basan en la liberación controlada de productos químicos en la solución circundante, creando un gradiente de concentración que hace que las burbujas de gas impulsen las partículas hacia adelante. Este movimiento es debido a la producción de sustancias químicas generadas por la descomposición de los peróxidos o la reacción de los bicarbonatos con ácido cítrico. Las partículas Jano responden a este gradiente de concentración moviéndose en la dirección de máxima concentración. Estos micromotores se utilizan para eliminar contaminantes del agua y controlar la liberación de fármacos (23).

Impulsión magnética: este mecanismo utiliza un campo magnético externo para provocar el movimiento. Las partículas Jano están recubiertas de materiales magnéticos como el hierro y, cuando se exponen a un campo magnético externo, se desplazan hacia el campo magnético (24).

Propulsión de sonido: este mecanismo utiliza ondas de sonido para hacer vibrar las partículas y crear movimiento. Las partículas Jano están recubiertas con un material piezoeléctrico que responde a las ondas de sonido y crea movimiento (25).

1.5 Seguimiento de partículas

La técnica de análisis de seguimiento de nanopartículas (NTA por sus siglas en inglés, *Nanoparticle Tracking Analysis*) es una herramienta que se utiliza para estudiar la dinámica de los sistemas de nanopartículas a nivel microscópico.

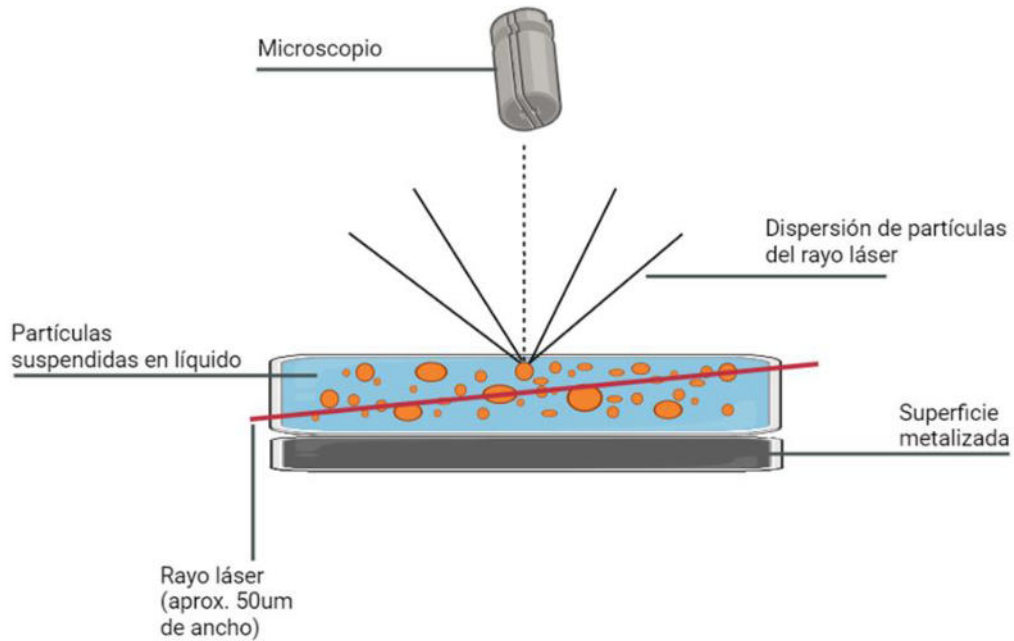


Figura 3 Esquema de la técnica de análisis de seguimiento de nanopartículas.

Dicha técnica implica la identificación de cada nanopartícula para rastrear su localización y movimiento dentro de un sistema, lo que permite medir su tamaño y distribución. La Figura 3 presenta el principio de funcionamiento del NTA, que comprende en una suspensión de nanopartículas, la cual es irradiada con una luz láser. La luz dispersada por las nanopartículas es registrada mediante un microscopio óptico acoplado a una cámara digital y el seguimiento de la trayectoria de las partículas se hace por medio de software de análisis de imagen. Las ventajas de esta técnica incluyen un seguimiento puntual de cada partícula, una preparación sencilla de la muestra y la capacidad de analizar partículas de tamaño muy pequeño aún con un microscopio óptico, pues lo que se registra no es el tamaño de las partículas sino el reflejo ocasionado por éstas (26).

La técnica NTA tiene varias ventajas sobre otras técnicas de caracterización de nanopartículas, como la microscopía electrónica y la dispersión dinámica de luz (DLS). Primero, la técnica NTA permite la medición de partículas individuales en suspensión, lo cual es difícil de lograr con otras técnicas. Además, el método NTA no requiere el aislamiento previo de nanopartículas, lo que puede ser costoso y lento.

1.6 Aplicaciones de las partículas Nano

La versatilidad de este tipo de dispositivos genera un gran avance con respecto al campo de los dispositivos miniaturizados cuyas posibles aplicaciones incluyen la biomédica, la detección de fármacos o diversos contaminantes, hasta la remediación ambiental.

Entre los materiales que han suscitado mayor interés para la adsorción de colorantes se encuentran los óxidos metálicos, como el MgO, Fe₂O₃, MnO₂ y Al₂O₃. Este último destaca por su disponibilidad, estabilidad térmica, bajo costo y por su alta capacidad de adsorción, comparado con otros óxidos metálicos (27). Es por esto por lo que se han sintetizado una variedad de morfologías de Al₂O₃, como sustratos tubulares, laminas, esferas, etc.

Hay compuestos que, gracias a sus propiedades químicas, son muy favorables para su uso como parte impulsora en los micromotores; el TiO₂ por su actividad fotocatalítica, biocompatibilidad, alta estabilidad química y bajos costos, se utiliza

comúnmente para fines de descontaminación por la alta fotoactividad del TiO_2 , sin embargo, las partículas de TiO_2 rompen la simetría con su forma irregular (28). Por otro lado, los micromotores de ZnO poseen una mayor utilización de la luz incidente, al igual que una mayor superficie para las reacciones fotocatalíticas. Además, cuando es expuesto al peróxido de hidrógeno, el ZnO parcialmente se transforma en ZnO_2 formando una hetero unión ZnO_2/ZnO , mejorando las reacciones fotoquímicas y, por lo tanto, el movimiento (29).

1.7 Justificación

En el presente trabajo se propone la formación de partículas asimétricas tipo Jano de óxido de aluminio y óxido de zinc, usando estos óxidos metálicos por su versatilidad en aplicaciones medioambientales, catalíticas, biomédicas y de transporte de fármacos. Además, se evaluará el desempeño de las partículas tipo Jano como micromotor impulsado mediante la reacción de descomposición de peróxido de hidrógeno. Dicha evaluación se realizará empleando la técnica de análisis de seguimiento de nanopartículas.

CAPÍTULO 2

2 ANTECEDENTES

En 2018, Amir Masoud Pourrahimi y Martin Pumera (15), realizaron una revisión bibliográfica sobre los nano/micromotores tipo Jano, así como los diferentes métodos de síntesis más utilizados para la obtención de dichos materiales, tales como, el método de nanoprecipitación, emulsión *Pickering*, vaporización en PVD autoensamblaje, *masking*, etc. Además, discuten sus propiedades de fotocatalisis, quimiotaxis, sobre todo sus propiedades de movimiento por medio de diferentes mecanismos de propulsión, por ejemplo, difusioforésis, irradiación de luz, propulsión de burbujas, entre otros. De igual manera se recopila información sobre la influencia del tamaño, estructura, interfaces, y porosidad en el movimiento direccional y velocidad de los micromotores tipo Jano. De este trabajo observamos que los micromotores tipo Jano, son materiales de gran interés en la actualidad, debido a sus amplias aplicaciones en diferentes tecnologías biomédicas y medio ambientales.

En 2012, Jing Ji *et al.* (30), elaboraron la síntesis de esferas asimétricas tipo Jano de ZnO con esferas de poliestireno, por medio de la técnica *masking* usando capas de cera como sustrato y por emulsión *Pickering* en presencia de polielectrolito. La metodología de *masking* consistió en realizar capas de cera, para posteriormente esparcir las partículas de ZnO de manera homogénea sobre la capa húmeda del sustrato, esperando el asentamiento de las partículas de ZnO

y secado de la capa húmeda para después realizar múltiples lavados en ultrasonido con agua. Posteriormente la parte expuesta de las partículas fue bañada con una solución de clorhidrato de alilamina 20 M, durante 2 h, se enjuagó nuevamente con agua, el sustrato con las partículas fue agregado a cloroformo a temperatura ambiente para liberar las esferas de ZnO modificadas; por último, las esferas obtenidas se modificaron adicionalmente con látex polimérico. Este trabajo lleva a cabo la comparación entre síntesis por *masking* y emulsión *Pickering*, presentando sus respectivos resultados de microscopía electrónica de barrido. A base de la comparación de sus imágenes SEM, concluyeron que las partículas Jano obtenidas por *masking* presentan un área superficial mayormente regular y mayor tamaño, en comparación con las partículas obtenidas por emulsión *Pickering*. Con base en el análisis comparativo de las imágenes SEM, obtenidas por las distintas metodologías, en este reporte se decidió el uso de una metodología de tipo *masking*.

En 2019, Amir Masoud Pourrahimi *et al.* (31), muestran los primeros modelos de micromotores mesoporosos tipo Jano hechos a base de ZnO/Pt, los cuales presentan propulsión libre de combustibles mediante la propulsión por luz. Muestran la síntesis de dos tipos de partículas Jano de ZnO con diferentes morfologías superficiales y estructuras de poros, ambas hechas mediante la autoagregación de partículas primarias y nanoláminas, en micropartículas rugosas y micropartículas lisas, respectivamente. De igual manera, evaluaron el movimiento impulsado por luz de los micromotores considerando los efectos de la interfaz por medio de seguimiento de partículas, la porosidad de la superficie,

defectos por medio imágenes SEM/ EDX y la transferencia de carga; con la finalidad de proponer mecanismos de propulsión subyacentes. Obtuvieron que los micromotores de nanopartículas de ZnO/Pt rugosos mostraron un movimiento de difusioforesis mejorado usando un nivel muy bajo de H₂O₂, por el contrario, estos no pudieron moverse sin combustible bajo irradiación UV. En cambio, los micromotores basados en nanoláminas autoensamblados lisos obtuvieron una propulsión libre de combustible y accionada por luz de manera exitosa, debido a la morfología de su superficie. De este trabajo obtenemos la posibilidad de desarrollar nuevos micromotores tipo Jano impulsados por luz basados en otros fotocatalizadores que contienen superficies activas.

En 2020, Wenqing Xie *et al.* (32), sintetizaron micromotores tipo Jano de ZnO, por medio del método de encapsulamiento parcial de las microesferas de ZnO en microesferas de polisiloxano, y su caracterización por medio de SEM, seguimiento de partícula y potencial eléctrico. Demostraron la capacidad motora de las partículas Jano sintetizadas, obteniendo como resultados el movimiento autónomo de las partículas bajo luz visible y agua pura a una velocidad de 15 μm/s. Ellos proponen que este comportamiento en el movimiento es debido al mecanismo de autodifusioforesis iónica, basada en la fotocorrosión del ZnO. Evaluaron el consumo del ZnO conforme al tiempo, observaron que no presenta un riesgo para la morfología de las partículas, aunque estas estuviesen almacenadas en agua desionizada bajo luz visible. Concluyeron que los micromotores de ZnO son candidatos prometedores para aplicaciones biomédicas y ambientales, donde la luz visible y el agua pura son fácilmente

accesibles y biocompatibles. Con base en este antecedente se corrobora la importancia del ZnO como material importante para la fabricación de partículas tipo Jano que presenten movimiento autónomo.

En 2021, Fangzhi Mou *et al.* (33), publicaron un artículo, en el cual dan a conocer a los micro/ nanomotores inteligentes y sobre todo exponen el primer ejemplo de quimiotaxis biomimética inducida por la auto-reorientación. Establecen que los micromotores tipo Jano de ZnO pueden moverse de forma autónoma, impulsados por un combustible alternativo de CO₂, esto en función de la autodifusioforesis de electrolitos, debido a la alta sensibilidad del ZnO al CO₂ disuelto en agua, lo cual genera la producción continua de H⁺ a través de la hidratación para reaccionar con el ZnO. Así los micromotores son capaces de detectar las señales de CO₂ en el ambiente y exhibir un comportamiento quimiotáctico biomimético hacia la fuente generadoras de CO₂. Concluyen que con este tipo de comportamiento los micromotores a base de ZnO, serán capaces de detectar microorganismos patógenos o células específicas, por el seguimiento de las señales metabólicas de CO₂ emitidas por los mismos y podrán ejercer operaciones biomédicas y ambientales específicas.

En 2022, Haiyang Su *et al.*(34) Realizaron una investigación bibliográfica abordando las diversas fuentes de fabricación y energía que se utilizan en los micro/nanomotores tipo Jano. Resaltan que las partículas tipo Jano se caracterizan por la presencia de al menos dos dominios distintos que exhiben anisotropía en su composición o propiedades superficiales. Esta estructura única les permite combinar propiedades diferentes e incluso incompatibles en una sola

partícula, lo que les otorga la capacidad de llevar a cabo diversas funciones y realizar múltiples tareas de manera simultánea. De este trabajo, reafirmamos que los micro/nanomotores tipo Jano son materiales de interés debido a que pueden convertir de manera eficiente diversas fuentes de energía en movimiento y alcanzar objetivos específicos con gran precisión.

De igual manera, en 2022 Matan Zehavi *et al.*(35), reportaron la obtención de partículas tipo Jano de ZnO/SiO₂ por medio de un depósito parcial via pulverización catódica de ZnO sobre esferas de SiO₂ de 5 µm de diámetro soportadas sobre una superficie de vidrio. Los autores demostraron que la propulsión de las partículas puede ser modulada con la potencia de la radiación UV utilizada durante el proceso de movimiento. Incluso, encontraron que el movimiento es modificado debido a la interacción entre partículas, por lo cual una suspensión más concentrada presenta diferencias de movimiento con una suspensión diluida. Estos hallazgos ayudaron a establecer los parámetros de medición de movimiento utilizados en el presente proyecto.

Respecto al uso de Al₂O₃ como adsorbente, en 2020, Yue Jian *et al.* (36), dan a conocer la síntesis de un composito poroso de Fe₂O₃/Al₂O₃, usando una técnica sol-gel complementando con una nueva técnica de secado por sublimación con disolvente orgánico para evaluar la adsorción de colorante Rojo Congo. Resaltan a los óxidos metálicos como materiales prometedores para la eliminación de colorantes, debido a su baja toxicidad, destacando al Al₂O₃ por su alta capacidad de adsorción y eliminación eficaz de colorantes aniónicos en amplios rangos de pH, sin embargo, establecen que, al realizar combinaciones entre otros óxidos

metálicos como el Fe_2O_3 , sus propiedades de adsorción se ven altamente mejoradas. Analizan el comportamiento de adsorción por factores como el pH, la concentración inicial de Rojo Congo y el tiempo de contacto por medio de adsorción-desorción de N_2 , espectroscopia UV-vis; de igual manera se muestran los resultados de FE-SEM, SEM-EDS y DRX de las partículas obtenidas. Este trabajo nos proporciona nuevos conocimientos enfocados en la eliminación eficiente de tintes orgánicos en el medio ambiente por medio de composites de Al_2O_3 .

2.1 Análisis Crítico de la literatura

Los micromotores tipo Jano, son materiales de gran interés en la actualidad, debido a sus amplias aplicaciones en diferentes tecnologías biomédicas y medio ambientales. Existen diversas metodologías para la síntesis de este tipo de material, tales como emulsión de *Pickering*, sol-gel, estado sólido. Por otro lado, como lo mencionan Jing Ji *et al.* (30), el método de *masking* reporta mejores resultados de morfología comparado con las metodologías anteriores. Sin embargo, la posibilidad de desarrollar nuevos micromotores Jano impulsados por luz basados en fotocatalizadores que contienen superficies activas, ha fomentado el uso de ZnO como parte motora de la partícula, esto soportado por los múltiples reportes sobre los beneficios de utilizar a este catalizador (30-33), los cuales incluyen un control morfológico adecuado (30), una buena respuesta al uso de peróxido de hidrógeno como catalizador (31), así como la posibilidad de aplicarse en las áreas biomédica y ambiental (32, 33), y la capacidad de modular su movimiento por medio de radiación electromagnética en el espectro UV (35). Por

otro lado, en cuanto al uso de óxidos metálicos para la eliminación eficiente de tintes orgánicos en el medio ambiente se reporta el uso de compositos de Al_2O_3 (36). Además, no se encontraron reportes sobre micromotores tipo Jano de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$. Por lo cual, en el presente trabajo se propone la obtención de partículas tipo Jano asimétricas de óxido de aluminio y óxido de zinc, por medio de la técnica de *masking*, para posteriormente evaluar el desempeño como micromotor mediante la reacción de descomposición de peróxido de hidrógeno.

2.2 Aportación Científica

La obtención de partículas asimétricas tipo Jano de óxido de aluminio/óxido de zinc y evaluación de su desempeño como micromotor, mediante la reacción de descomposición de peróxido de hidrógeno.

2.3 Hipótesis

Las partículas tipo Jano de óxido de aluminio/ óxido de zinc sintetizadas mediante la técnica de *masking*, presentan movimiento autónomo lo que permite su uso como micromotor.

2.4 Objetivos

Objetivo general

Obtener partículas tipo Jano de óxido de aluminio/óxido de zinc y evaluar su uso como micromotor.

Objetivos específicos

- Sintetizar partículas de SiO₂ por el método *Stöber*.
- Caracterizar las partículas de SiO₂ mediante SEM.
- Sintetizar AlO(OH) mediante crecimiento sobre partículas de SiO₂.
- Caracterizar las partículas de SiO₂@AlO(OH) mediante UV-Vis, FT-IR, DRX, SEM.
- Sintetizar partículas de SiO₂@AlO(OH)/Zn(OH)₂ mediante la técnica de *masking*.
- Obtener partículas tipo Jano de SiO₂@Al₂O₃/ZnO mediante tratamiento térmico.
- Caracterizar las partículas tipo Jano de SiO₂@Al₂O₃/ZnO mediante SEM-EDS y TEM.
- Evaluar el uso de las partículas tipo Jano como micromotores por medio de su propulsión empleando H₂O₂ como combustible.

CAPÍTULO 3

3 MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 Material y equipo

Hidróxido de amonio NH_4OH (Sigma Aldrich, 25% v/v en H_2O), Tetraetilortosilicato (TEOS) $\text{SiC}_8\text{H}_{20}\text{O}_4$ (Sigma Aldrich, pureza > 98), Etanol $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$. (Sigma Aldrich, pureza > 95.0%), Nitrato de aluminio $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Sigma Aldrich, pureza ≥ 98), Nitrato de zinc hexahidratado $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Sigma Aldrich, pureza $\geq 98\%$), Isopropanol $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ (Sigma Aldrich, 70% en H_2O), Hidróxido de sodio NaOH (Sigma Aldrich, pureza $\geq 98\%$), Acetona CH_3COCH_3 (Sigma Aldrich, pureza $\geq 99.5\%$), Peróxido de hidrógeno H_2O_2 solución (Sigma Aldrich, 30% v/v en H_2O).

Los equipos que se utilizarán son: equipo de Difracción de RX “Bruker D2 Phaser” ubicado en el Laboratorio de Materiales II, equipo de espectroscopía infrarroja “Perkin-Elmer Sprettrum One” ubicado en el Laboratorio de Instrumentación Analítica, equipo SEM “FE-SEM Jeol JSM 6701F” ubicado en el laboratorio de microscopía de la Facultad de Ciencias Químicas de la UANL y el equipo TEM FEI Tecnai F30, ubicado en las instalaciones del IPICYT, equipo de microscopia óptica (OMAX, MD82ES10) y espectrofotómetro UV-vis Ossila ubicados en el Laboratorio de Nanomateriales Opto-electrónicos, CIByN.

3.2 Parte experimental

3.2.1 Síntesis de partículas de SiO₂

Para la síntesis de las partículas de SiO₂ se siguió una variante del procedimiento reportado por *Stober et al.*(37) para lo cual se mezclaron 15 mL de agua destilada, 45 mL de etanol y 2 mL de NH₄OH y se agitó durante 15 min para asegurar una mezcla homogénea. Posteriormente se añadieron lentamente 3.6 mL de tetraetilortosilicato (TEOS) manteniendo la agitación durante 45 min más. Finalmente, la mezcla se centrifugó, se lavó con agua y etanol para dejar secar a 120 °C durante 24 h. Las partículas resultantes se caracterizaron mediante SEM empleando un equipo FE-SEM Jeol JSM 6701F a una distancia de trabajo de 8 mm, para lo cual las partículas fueron dispersadas en etanol y depositadas sobre una placa de aluminio sin ninguna preparación posterior.

3.2.2 Síntesis de partículas de @SiO₂/AlO(OH)

Se preparó una solución de 0.8477 M de Al(NO₃)₃·9H₂O, como fuente de Al³⁺, y una solución de NaOH al 1% v/v . Se mezclaron 5 mL de la solución de Al³⁺ en 45 mL de NaOH al 1% en agitación durante 15 min para asegurar su homogenización.

En un experimento estándar a 10 mL de NaOH al 1% v/v, se le añadió 10 mg de las partículas de SiO₂ en agitación durante 15 min en un baño de ultrasonido; posteriormente a esta solución se le añadió por medio de agitación constante y

gota a gota 5 mL de la solución de NaOH/Al³⁺. La solución resultante se dejó reposar por 24 h en agitación, posteriormente se centrifugó por 15 min y fue lavado con etanol, con el fin de separar las partículas de la matriz de reacción. Finalmente, las muestras se secaron a 90 °C durante 24 h. Las partículas resultantes se caracterizaron mediante FT-IR, empleando un espectrómetro Perkin-Elmer Spectrum One acoplado a un aditamento de ATR de diamante; DRX, utilizando un equipo Bruker D2 Phaser con radiación de Cu K α y un barrido de 5° a 90° en 2 θ ; así como por medio de SEM empleando un equipo FE-SEM Jeol JSM 7600F, para lo cual las partículas fueron suspendidas en etanol y soportadas sobre una rejilla de cobre con recubrimiento de carbono.

3.2.3 Síntesis de partículas tipo Jano de SiO₂@Al₂O₃/ZnO

Para la obtención de partículas tipo Jano de SiO₂@Al₂O₃/ZnO se empleó el método de *masking*, en el cual las partículas de SiO₂/Al₂O₃ fueron suspendidas en etanol a una concentración de 50 mg/L y depositadas por *spin-coating* a 2400 rpm sobre sustrato de polimetilmetacrilato (PMMA) de 22x22 mm. Posteriormente, el sustrato fue tratado térmicamente a 120 °C por 5 min y 90 °C por 30 min con el fin de embeber parcialmente las partículas. Una vez enfriados, los sustratos se introdujeron en una solución de Zn(NO₃)₂x6H₂O 0.2 mM durante 48 h sin agitación, para después ser sumergidos en NaOH pH 11 por 30 min y posteriormente fueron enjuagados con agua destilada y secados al aire. Para desprendimiento de las partículas, los sustratos de PMMA se introdujeron en isopropanol y se sonicaron durante 5 min. El sobrenadante fue centrifugado y

lavado con isopropanol y acetona. Finalmente, el polvo recuperado fue calcinado a 300 °C por 4 h para obtener las partículas tipo Jano de $\text{SiO}_2@\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$. Se procedió a su caracterización mediante SEM empleando un equipo FE-SEM Jeol JSM 6701F a una distancia de trabajo de 8 mm, para lo cual las partículas fueron dispersadas en etanol y depositadas sobre una placa de aluminio sin ninguna preparación posterior. Además, se realizó una caracterización por medio de TEM utilizando un equipo FEI Tecnai F30 para lo cual las partículas fueron suspendidas en etanol y soportadas sobre una rejilla de cobre con recubrimiento de carbono.

3.2.4 Evaluación como micromotor

Para las pruebas de movimiento de micromotores de $\text{SiO}_2@\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$, en un portaobjetos de vidrio limpio se vertieron 10 μL de solución de H_2O_2 al 5% v/v, luego se añadió 10 μL de dispersión de partículas de $\text{SiO}_2@\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$ en agua desionizada. Posteriormente se irradió con una lámpara comercial de luz UV (Tecno Lite, HEL-20W, 58 mm x 160 mm). El movimiento de los micromotores se registró mediante microscopía óptica, empleando una lente de 40X.

3.2.5 Análisis de seguimiento de nanopartículas

La técnica de análisis de seguimiento de nanopartículas se llevó a cabo por medio de microscopía óptica y análisis de imagen, se tomó un video de las partículas

suspendidas en peróxido con la luz apagada y 1 minuto con la luz encendida posteriormente se realizó la separación del vídeo en fotogramas (un video está compuesto por una secuencia de imágenes llamadas fotogramas, en este caso el video cuenta con 7.5 fotogramas por segundo) seguidamente por medio de un software se realizó la detección del centro de cada partícula por análisis de imagen asignando un valor de RGB según el fotograma (cada imagen está compuesta por tres canales R = rojo, G = verde y B = azul, por sus siglas en inglés. Cada canal puede tomar un valor entre 0 y 255 indicando la intensidad de color). De esta manera, el color de la partícula se asoció a la variable tiempo, pues cada fotograma está vinculado a un tiempo específico en el video. Después de esto se fusionaron las imágenes de esos 10 segundos en una sola imagen. Se realizó la medición de la trayectoria para posteriormente hacer la medición de tiempo transcurrido según el valor del canal G de la imagen RGB finalmente con los datos obtenidos se realizó el cálculo de la velocidad.

3.3 Disposición de residuos

Los residuos generados se dispondrán siguiendo el procedimiento para la clasificación de residuos peligrosos del departamento de Medio Ambiente y Seguridad de la Facultad de Ciencias Químicas.

Tabla 1 Disposición de residuos generados.

RESIDUO	COLECTOR
Soluciones salinas de aluminio y zinc.	Colector A: Soluciones salinas de pH 6-8, sales, ácidos y bases orgánicas.
Contenedores o Frascos vacíos de vidrio que contuvieron reactivos o residuos peligrosos. Contenedor o Frasco que haya sido quebrado y contuvieron reactivos o residuos peligrosos,	Vidrio Impregnado con Sustancias Peligrosas
Contenedores vacíos que contuvieron reactivos o residuos peligrosos. Frascos vacíos que contuvieron reactivos o residuos peligrosos.	Plástico Impregnado con Sustancias Peligrosas
Arena o diaper (sanitas, papel, magitel) impregnado con residuos peligrosos. Absorbente que se utilizan para contener derrames. Guantes de plástico y látex.	Basura Industrial

CAPÍTULO 4

4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Síntesis de partículas de SiO₂

En un primer paso, se sintetizaron partículas de SiO₂ mediante el método de *Stöber* (37), las cuales sirvieron como plantilla de soporte para la obtención de partículas tipo Jano. Con el fin de corroborar su morfología, las partículas de SiO₂ se caracterizaron a través de SEM. En la Figura 4, se muestra una micrografía tomada a 30,000X de aumento. Se observa que las partículas presentan una morfología esférica mayormente regulares y simétricas, lo cual es característico de esta metodología. Además, el tamaño promedio de las partículas se encuentra alrededor de los 400 nm.

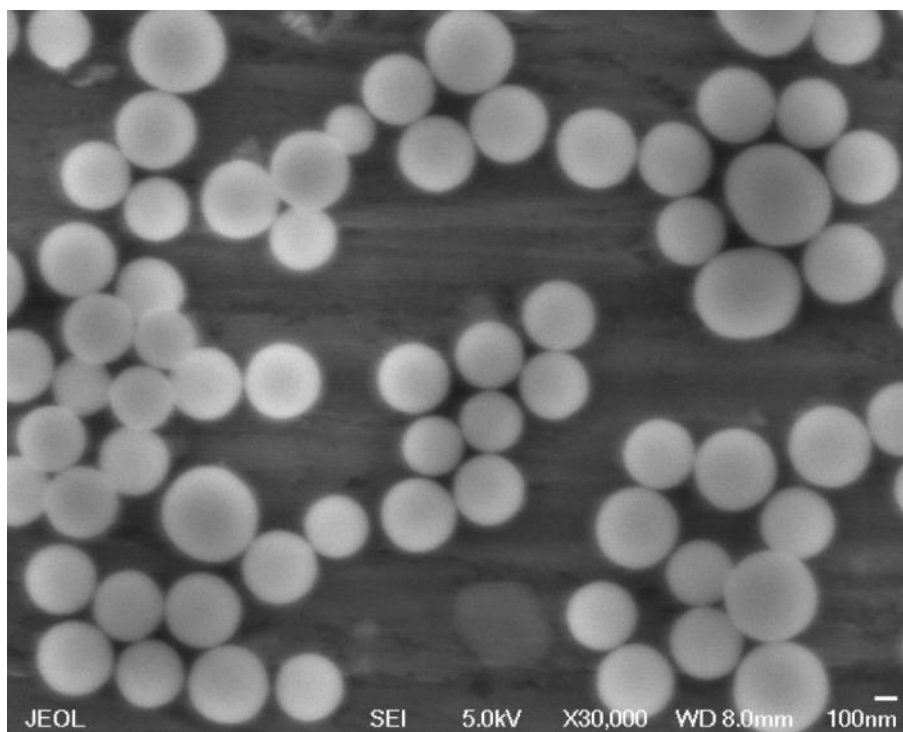


Figura 4 Micrografía de partículas de SiO₂ obtenidas por el método Stöber.

4.2 Síntesis de partículas de SiO₂@AlO(OH)

Sobre las partículas de SiO₂ se realizó la síntesis de un oxo-hidróxido de aluminio, conocido como Boehmita (AlO(OH)), el cual es un precursor típico del Al₂O₃. En la Figura 5 se observa el espectro FT-IR correspondiente a la síntesis de AlO(OH) mediante crecimiento sobre partículas de SiO₂. Se puede observar la presencia de una banda ancha y fuerte de 3700 a 2800 cm⁻¹ y una banda más pequeña a 1638 cm⁻¹ pertenecientes a la vibración de estiramiento y flexión del grupo OH, respectivamente. Este grupo funcional está presente en la estructura del oxo-hidróxido, así como en el agua adsorbida físicamente sobre las partículas. Por otro lado, la aparición de bandas ubicadas de 1300 a 1340 cm⁻¹, corresponde a

la banda de estiramiento del grupo nitrato (NO_3^-) presente en el medio de reacción. Finalmente, las bandas de 1100 a 1200 cm^{-1} indican la presencia del enlace Al-O-H y las bandas ubicadas en 900, 752, 630 cm^{-1} pertenecen al modo de vibración del enlace Al-O .

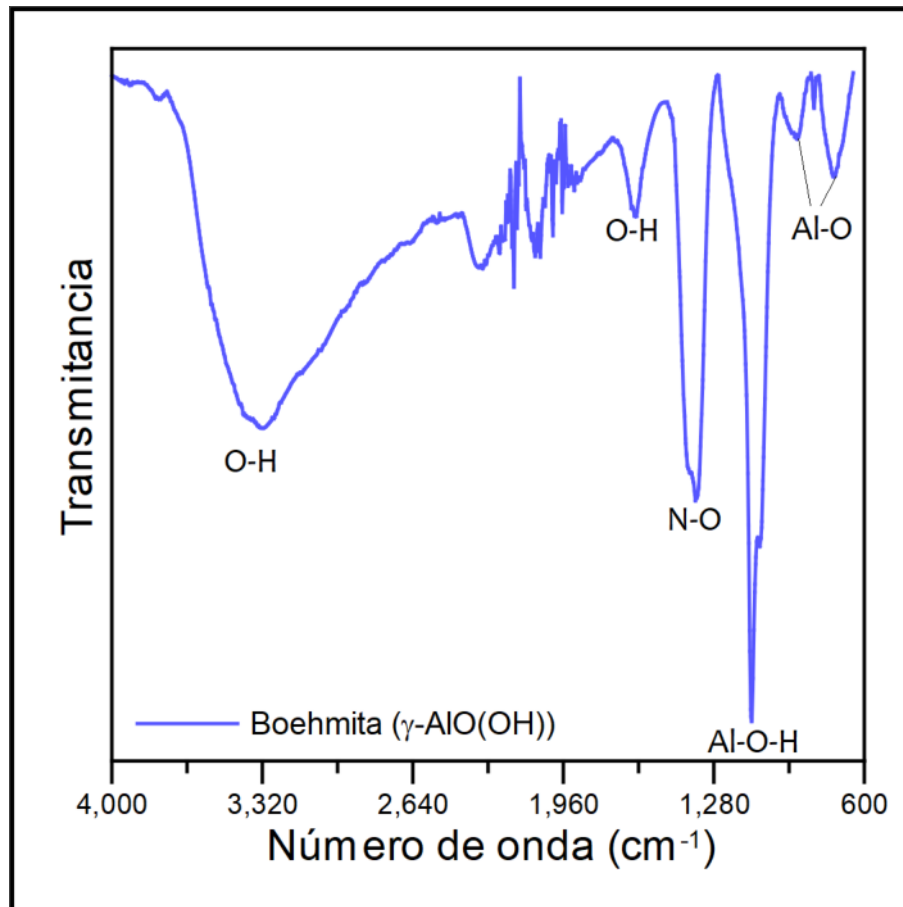


Figura 5 Espectro FT-IR de partículas de $\text{SiO}_2@\text{AlO(OH)}$.

El análisis de DRX de polvos del AlO(OH) sintetizado por crecimiento sobre partículas SiO_2 , se muestra en la Figura 6 además de su comparación contra los planos característicos para la fase cristalina Boehmita JCPDS 21-1307, la cual

es observada como única fase, esto debido a la presencia de sus planos cristalográficos (020), (021), (130), (150) y (132) ubicados a 14.47°, 28.18°, 38.31°, 48.87°, 64.07°; respectivamente. Estos resultados demuestran que al tener las partículas del SiO₂ como núcleo se puede obtener de manera satisfactoria la fase Boehmita (γ -AlO(OH)). Cabe señalar que debido a la naturaleza amorfa del SiO₂ y la baja cantidad de AlO(OH) depositado sobre las partículas originales, el difractograma presenta un bajo número de cuentas y una señal de fondo (ruido) muy notoria.

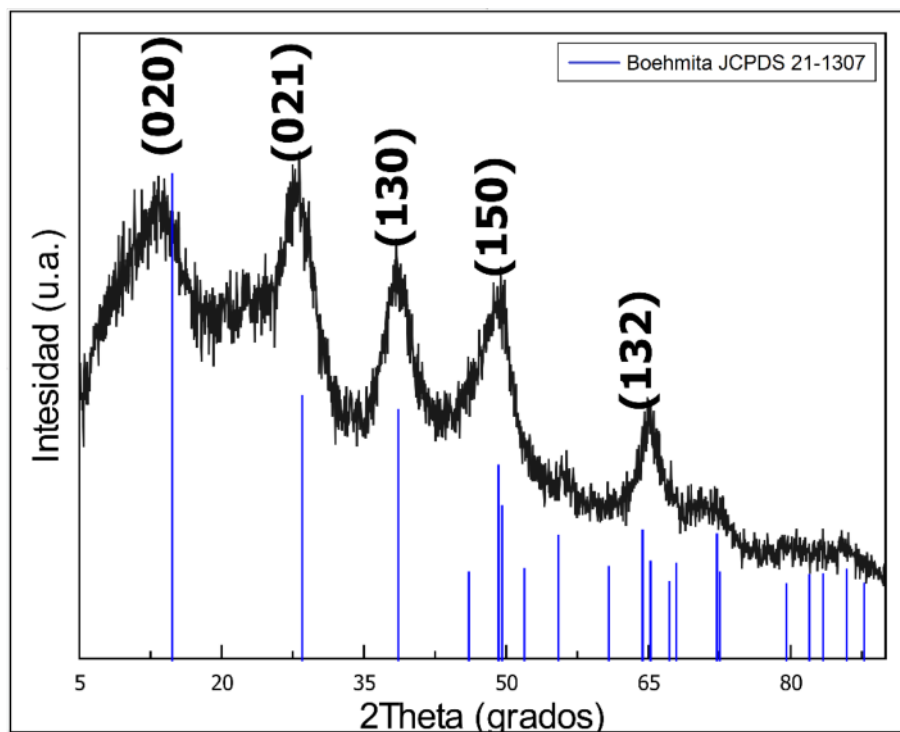


Figura 6 Espectro de difracción de partículas de SiO₂@AlO(OH).

Las imágenes de SEM que se muestran en la Figura 7 pertenecen a las partículas de $\text{SiO}_2@ \text{AlO}(\text{OH})$. Dichas imágenes fueron registradas con un aumento de 100 000. Se observan una partícula con morfología esférica que, en contraste con las partículas de SiO_2 originales, presentan una superficie irregular, correspondiente al recubrimiento de $\text{AlO}(\text{OH})$. Estas imágenes comprueban el crecimiento de la fase Boehmita ($\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$) sobre las partículas de óxido de silicio.

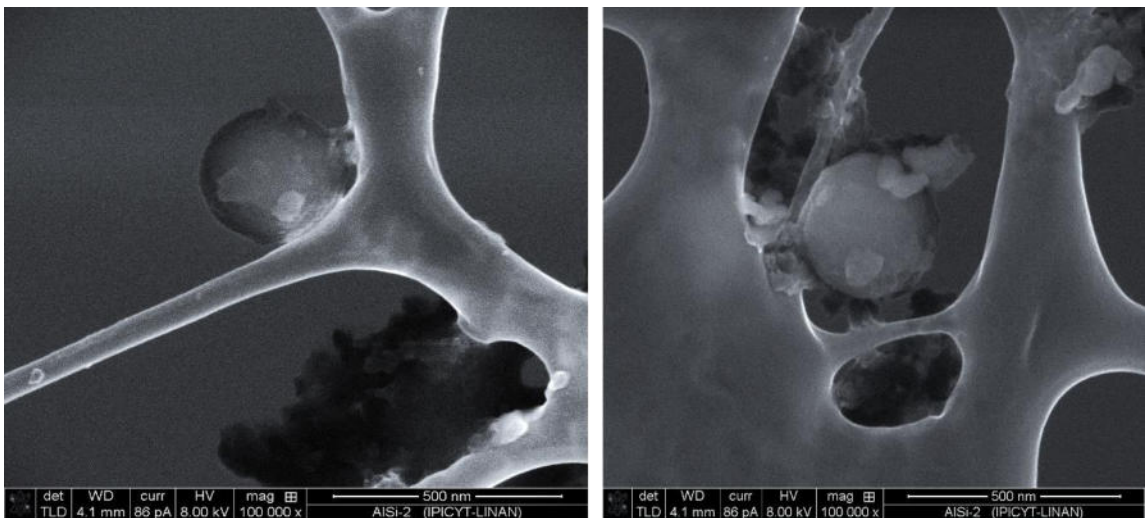


Figura 7 Micrografías de partículas de $\text{SiO}_2@ \text{AlO}(\text{OH})$.

4.3 Síntesis de partículas tipo Jano de $\text{SiO}_2@ \text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$

Una vez obtenidas las partículas de $\text{SiO}_2@ \text{AlO}(\text{OH})$, se depositaron sobre un sustrato de PMMA por medio de *spin-coating*. Posteriormente, las partículas fueron embebidas parcialmente mediante tratamiento térmico dejando un hemisferio descubierto, el cual se hizo reaccionar con Zn^{2+} y OH^- para formar un

recubrimiento parcial de Zn(OH)_2 . Este método es conocido en la literatura como *masking*.

Con el fin de corroborar la presencia de ambos materiales sobre el PMMA se realizó un análisis de UV-vis. En la Figura 8 se muestra los espectros UV-vis de los depósitos de $\text{SiO}_2@\text{AlO(OH)}$ y $\text{SiO}_2@\text{AlO(OH)}/\text{Zn(OH)}_2$. En color negro se representa la señal de las placas de PMMA antes de ser sometidas a algún depósito, la señal en color rojo corresponde al PMMA una vez que le fueron depositadas las partículas del $\text{SiO}_2@\text{AlO(OH)}$. Se observó un aumento en la absorbancia debido a que el material $\text{SiO}_2@\text{AlO(OH)}$ presenta una absorción en la región del UV. Por otro lado, la línea color azul representa las placas PMMA con las partículas embebidas de $\text{SiO}_2@\text{AlO(OH)}/\text{Zn(OH)}_2$. En esta curva se aprecia un cambio en la absorbancia de este material comparado con la absorbancia antes de la deposición de Zn(OH)_2 , lo que nos indica un cubrimiento exitoso sobre las partículas embebidas de AlO(OH) . Las unidades de absorbancia son muy bajas debido a la poca cantidad de material depositado, sin embargo, la metodología debe ser de esta manera para evitar que las partículas se aglomeren o que la reacción de producción de Zn(OH)_2 sea muy abundante.

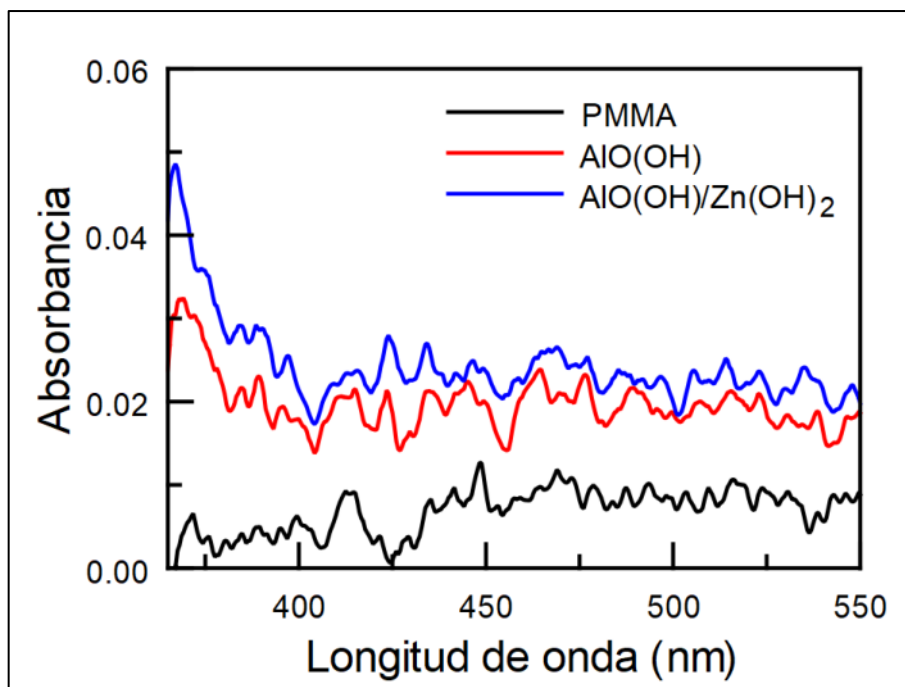


Figura 8 Espectro UV-vis de los depósitos de $\text{SiO}_2@\text{AlO}(\text{OH})$ y $\text{SiO}_2@\text{AlO}(\text{OH})/\text{Zn}(\text{OH})_2$.

Finalmente, las partículas de $\text{SiO}_2@\text{AlO}(\text{OH})/\text{Zn}(\text{OH})_2$ fueron desprendidas del sustrato de PMMA mediante lavados con solventes adecuados. Las partículas fueron centrifugadas y secadas al aire para posteriormente ser calcinadas y transformar los hidróxidos metálicos en los óxidos correspondientes y obtener las partículas tipo Jano de $\text{SiO}_2@\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$. Dichas partículas fueron caracterizadas mediante TEM para comprobar su morfología. Cabe señalar que la baja cantidad de partículas obtenidas dificulta la caracterización de estos materiales. La Figura 9 (a) muestra una partícula cuya morfología coincide con el procedimiento planteado, la cual consta de una cara con morfología esférica y tamaño acorde a las partículas de $\text{SiO}_2@\text{AlO}(\text{OH})$, mientras que la otra cara consta de una morfología alargada que coincide con el recubrimiento de ZnO. La Figura 9 (b) muestra una representación esquemática de la morfología tipo Jano.

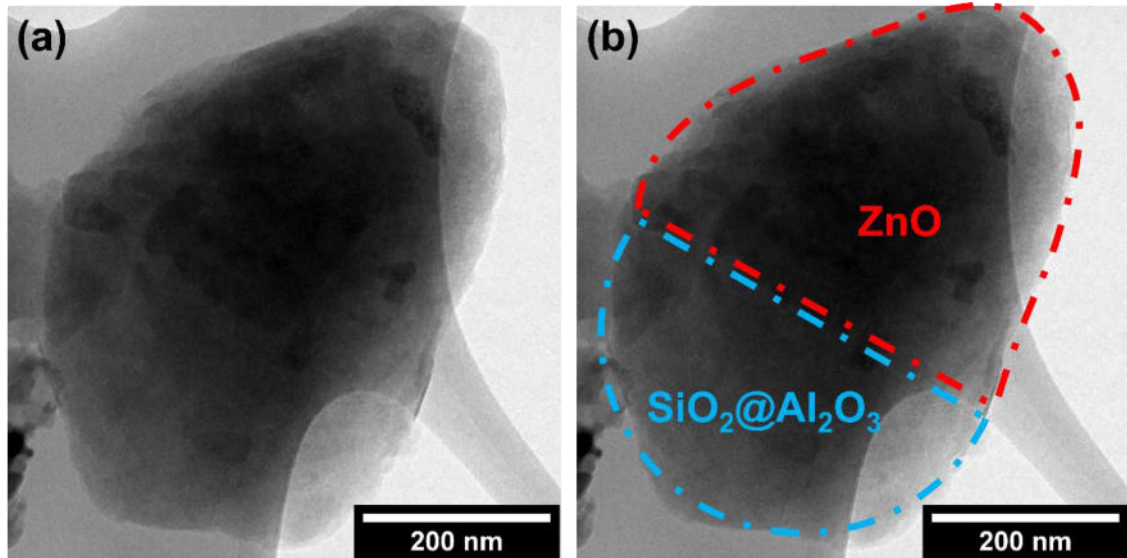


Figura 9 Imagen TEM (a)partículas tipo Jano de $\text{SiO}_2@\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$ obtenidas
(b)representación esquemática de partícula Jano de $\text{SiO}_2@\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$.

4.4 Evaluación como micromotor

Con el fin de conocer las velocidades de los micromotores de $\text{SiO}_2@\text{AlO}(\text{OH})/\text{Zn}(\text{OH})_2$, se usó la técnica de análisis de seguimiento de nanopartículas, que consiste en la identificación de cada nanopartícula para rastrear su localización y movimiento dentro de un sistema en suspensión. Al irradiar las nanopartículas, estas dispersan la luz, que es registrada por un microscopio óptico acoplado a una cámara digital. La Figura 10 muestra una secuencia de imágenes tomadas con el microscopio óptico.

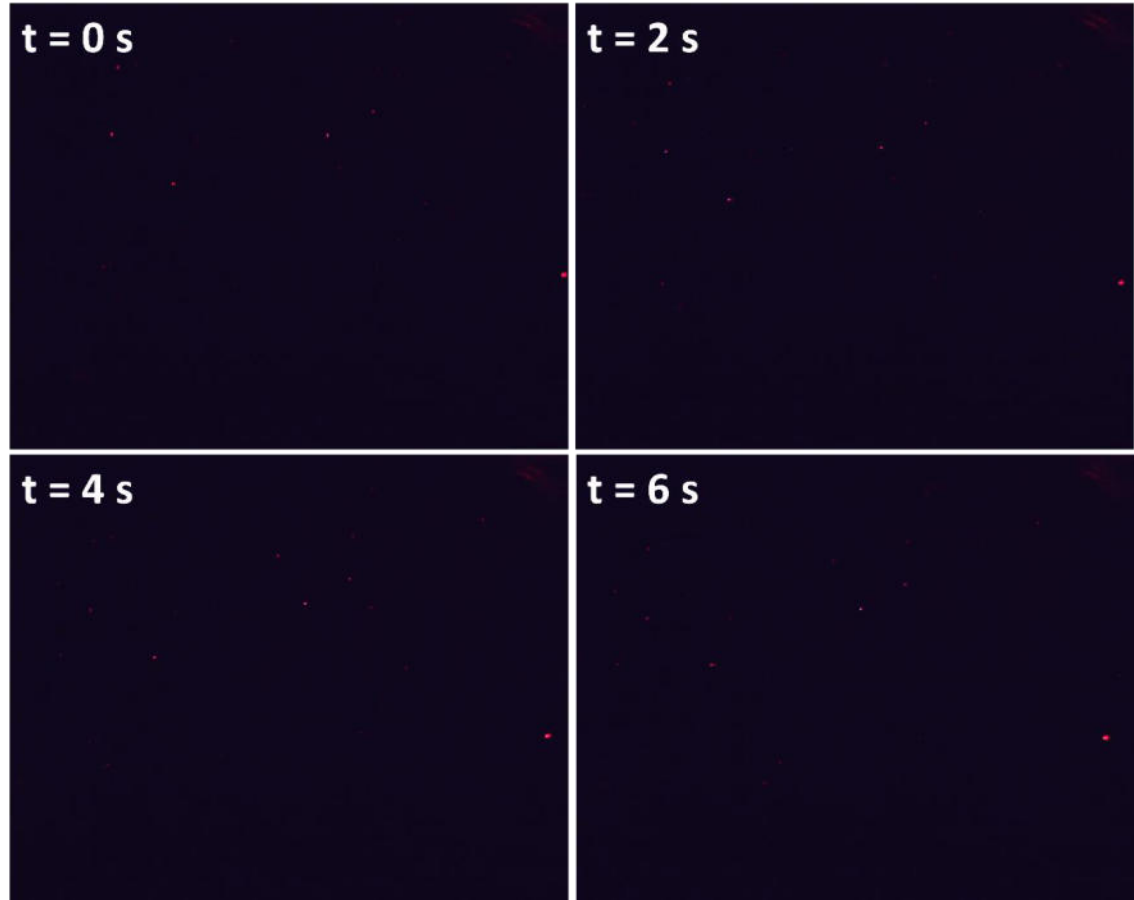
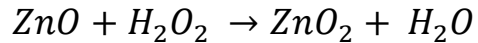


Figura 10 Secuencia de imágenes tomadas por microscopio óptico de las partículas $\text{SiO}_2@ \text{AlO}(\text{OH})/\text{Zn}(\text{OH})_2$.

Se realizaron pruebas del movimiento de las nanopartículas de $\text{SiO}_2@ \text{AlO}(\text{OH})/\text{Zn}(\text{OH})_2$ obtenidas a través del control térmico de partículas embebidas, utilizando H_2O_2 como combustible, y someténdolas a presencia y ausencia de la irradiación ultravioleta. Los resultados mostraron que las nanopartículas exhibieron un movimiento autónomo. Con base en el trabajo de Linlin Wang *et al.* (38) el movimiento autónomo es debido a que las partículas se exponen a H_2O_2 , el ZnO reacciona parcialmente a ZnO_2 y, por lo tanto, se forman compuestos de ZnO_2/ZnO .

La presencia de la heterounión ZnO₂/ZnO provoca un gradiente más pronunciado que contribuye a una propulsión eficiente. La ecuación 1 representa la reacción de ZnO en presencia de H₂O₂.



Ecuación 1 Reacción de ZnO en presencia de H₂O₂

De acuerdo con Wenqing Xie *et al.* (32), al retirar la fuente de luz UV, se produce una disminución en la velocidad de movimiento de las nanopartículas, lo que sugiere que la reacción química todavía se produce, pero a una tasa más lenta.

Una vez obtenidos los videos de las partículas en movimiento, se separaron en 7.5 fotogramas (imágenes) por cada segundo de grabación. Cada imagen digital está compuesta por 1280x1024 píxeles, los cuales cuentan con 3 canales de 8 bits cada uno (rojo, verde y azul, RGB por sus siglas en inglés). Es decir, estos canales pueden tener un valor entre 0 y 255, el cual corresponde a la intensidad de dicho color. Por medio de un software de análisis de imágenes, se estimó la posición de cada partícula en cada una de las imágenes, asignándole algunos píxeles con un valor de 0 en el canal rojo (R), 255 en el canal azul (B) y un valor diferente en el canal verde (G) según el tiempo transcurrido. Posteriormente, se combinaron las imágenes correspondientes a intervalos de 10 segundos. De esta manera se pudo estimar la trayectoria para posteriormente hacer la medición del tiempo transcurrido según el valor del canal G de la imagen RGB. La Figura 11 muestra una imagen típica de este proceso.

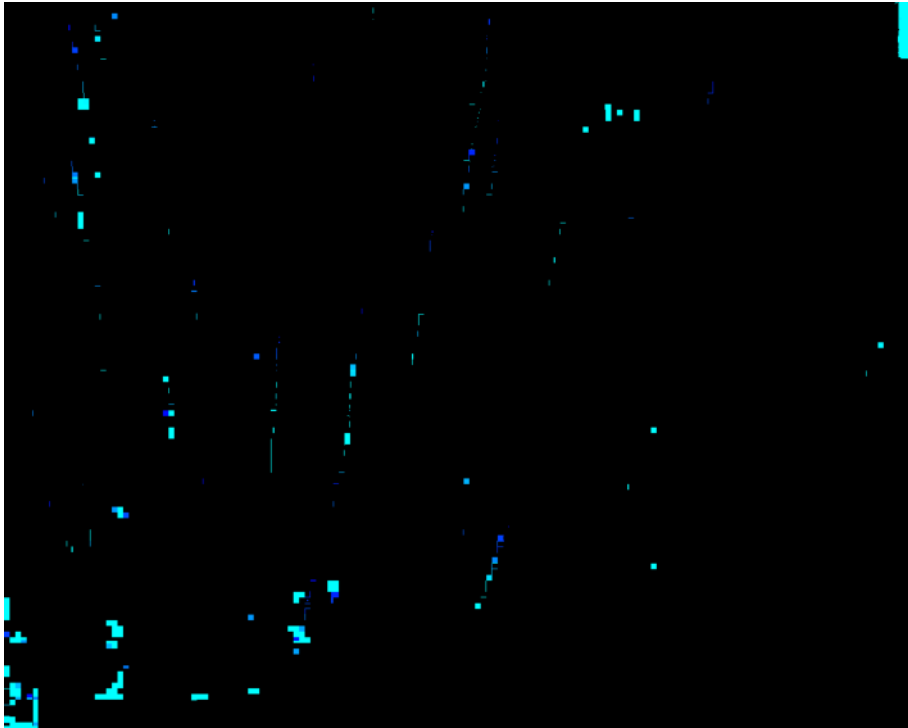


Figura 11 Imagen generada por medio del proceso de análisis de imagen.

Finalmente, con los datos obtenidos se realizó el cálculo de la velocidad, obteniendo un valor promedio inicial de $5.0 \mu\text{m/s}$ y una velocidad promedio final de $5.7 \mu\text{m/s}$, lo que corresponde a un aumento de velocidad del 14% cuando se irradia con luz UV. Esto quiere decir que las partículas Jano presentan movimiento autónomo y pueden ser utilizadas como micromotores.

CAPÍTULO 5

5 CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos en el presente proyecto confirman la obtención de partículas tipo Jano de $\text{SiO}_2@Al_2O_3/ZnO$ empleando el método de *masking*, el cual consiste en embeber partículas de manera parcial en una matriz polimérica, para realizar una reacción en la porción descubierta de la partícula y generar una morfología asimétrica. En un primer paso se prepararon partículas de SiO_2 mediante el método de *Stöber*, las cuales poseen un tamaño promedio de 400 nm, de acuerdo con las imágenes de SEM. Posteriormente, la reacción de dichas partículas con nitrato de aluminio en presencia de hidróxido condujo a la formación de un recubrimiento homogéneo de $\text{AlO}(\text{OH})$ en fase cristalina γ -Boehmita. Dichas partículas de $\text{SiO}_2@AlO(\text{OH})$ fueron depositadas por el método de *spin coating* y embebidas parcialmente, para luego reaccionar con nitrato de zinc e hidróxido de sodio y generar una partícula asimétrica de $\text{SiO}_2@AlO(\text{OH})/Zn(\text{OH})_2$ las cuales se calcinaron para generar las partículas finales $\text{SiO}_2@Al_2O_3/ZnO$. Por medio de TEM se corroboró la morfología asimétrica tipo Jano. Finalmente, mediante análisis de seguimiento de nanopartículas y análisis de imagen, se estimó la velocidad de las partículas Jano en presencia de H_2O_2 antes y después de irradiar con luz UV. Los resultados muestran un incremento del 14% en la velocidad promedio de las partículas al ser irradiadas, lo que confirma su comportamiento como micromotores.

CAPÍTULO 6

6 REFERENCIAS

1. Linares N, Carrillo AI, Serrano E, García-Martínez J, Linares I Carrillo E Serrano J García-Martínez NA, Alicante-S Vicente C. Investigación Química Introducción [Internet]. Vol. 107. 2011. Disponible en: www.rseq.org
2. Mishra G, Dash B, Pandey S. Layered double hydroxides: A brief review from fundamentals to application as evolving biomaterials. Vol. 153, Applied Clay Science. Elsevier Ltd; 2018. p. 172–86.
3. Xu Q, Zhu B, Cheng B, Yu J, Zhou M, Ho W. Photocatalytic H₂ evolution on graphdiyne/g-C₃N₄ hybrid nanocomposites. Appl Catal B. el 15 de octubre de 2019;255.
4. Xue F, Zhang X, Niu Y, Yi C, Ju S, Xing W. Preparation and evaluation of α -Al₂O₃ supported lithium ion sieve membranes for Li⁺ extraction. Chin J Chem Eng. el 1 de septiembre de 2020;28(9):2312–8.
5. Du S, Wang H, Zhou C, Wang W, Zhang Z. Motor and Rotor in One: Light-Active ZnO/Au Twinned Rods of Tunable Motion Modes. J Am Chem Soc. el 5 de febrero de 2020;142(5):2213–7.
6. Mohanraj VJ, Chen Y. Nanoparticles-A Review [Internet]. Vol. 5, Tropical Journal of Pharmaceutical Research. 2006. Disponible en: <http://www.tjpr.freehosting.net>
7. Ali M. What function of nanoparticles is the primary factor for their hyper-toxicity? Adv Colloid Interface Sci. 2023;102881.
8. Shi Z, YS, NJ, & XQ. The effect of multivalent anions on removal of Titanium dioxide nanoparticles from drinking water sources by coagulation-sedimentation processes: Efficacy and mechanisms. Sep Purif Technol. 2022;298:121667.
9. Kobler D, Boller M. Particle removal in different filtration systems for tertiary wastewater treatment - A comparison. En: Water Science and Technology. 1997. p. 259–67.
10. Duan S, Tang R, Xue Z, Zhang X, Zhao Y, Zhang W, et al. Effective removal of Pb(II) using magnetic Co_{0.6}Fe_{2.4}O₄ micro-particles as the adsorbent: Synthesis and study on the kinetic and thermodynamic behaviors for its adsorption. Colloids Surf A Physicochem Eng Asp. el 1 de marzo de 2015;469:211–23.
11. Villa K, Pumera M. Fuel-free light-driven micro/nanomachines: Artificial active matter mimicking nature. Vol. 48, Chemical Society Reviews. Royal Society of Chemistry; 2019. p. 4966–78.

12. Guix M, Mayorga-Martinez CC, Merkoçi A. Nano/Micromotors in (Bio)chemical science applications. Vol. 114, Chemical Reviews. American Chemical Society; 2014. p. 6285–322.
13. Kirillova A, Marschelke C, Synytska A. Hybrid Janus Particles: Challenges and Opportunities for the Design of Active Functional Interfaces and Surfaces. Vol. 11, ACS Applied Materials and Interfaces. American Chemical Society; 2019. p. 9643–71.
14. Yuan K, De La Asunción-Nadal V, Jurado-Sánchez B, Escarpa A. 2D Nanomaterials Wrapped Janus Micromotors with Built-in Multiengines for Bubble, Magnetic, and Light Driven Propulsion. Chemistry of Materials. el 10 de marzo de 2020;32(5):1983–92.
15. Pourrahimi AM, Pumera M. Multifunctional and self-propelled spherical Janus nano/micromotors: Recent advances. Nanoscale. el 21 de septiembre de 2018;10(35):16398–415.
16. Novotný F, Wang H, Pumera M. Nanorobots: Machines Squeezed between Molecular Motors and Micromotors. Vol. 6, Chem. Elsevier Inc; 2020. p. 867–84.
17. Lee KJ, Yoon J, Lahann J. Recent advances with anisotropic particles. Vol. 16, Current Opinion in Colloid and Interface Science. 2011. p. 195–202.
18. Fu J, An D, Song Y, Wang C, Qiu M, Zhang H. Janus nanoparticles for cellular delivery chemotherapy: Recent advances and challenges. Vol. 422, Coordination Chemistry Reviews. Elsevier B.V.; 2020.
19. Su H, Hurd Price CA, Jing L, Tian Q, Liu J, Qian K. Janus particles: design, preparation, and biomedical applications. Vol. 4, Materials Today Bio. Elsevier B.V.; 2019.
20. Rahiminezhad Z, Tamaddon AM, Borandeh S, Abolmaali SS. Janus nanoparticles: New generation of multifunctional nanocarriers in drug delivery, bioimaging and theranostics. Appl Mater Today. el 1 de marzo de 2020;18.
21. Chałupniak A, Morales-Narváez E, Merkoçi A. Micro and nanomotors in diagnostics. Vol. 95, Advanced Drug Delivery Reviews. Elsevier B.V.; 2015. p. 104–16.
22. Liu L, Bai T, Chi Q, Wang Z, Xu S, Liu Q, et al. How to make a fast, efficient bubble-driven micromotor: A mechanical view. Vol. 8, Micromachines. MDPI AG; 2017.
23. Zhang J, Zheng X, Cui H, Silber-Li Z. The self-propulsion of the spherical Pt-SiO₂ Janus micro-motor. Vol. 8, Micromachines. MDPI AG; 2017.
24. Chen XZ, Hoop M, Mushtaq F, Siringil E, Hu C, Nelson BJ, et al. Recent developments in magnetically driven micro- and nanorobots. Vol. 9, Applied Materials Today. Elsevier Ltd; 2017. p. 37–48.
25. Xu T, Xu LP, Zhang X. Ultrasound propulsion of micro-/nanomotors. Vol. 9, Applied Materials Today. Elsevier Ltd; 2017. p. 493–503.

26. Filipe V, Hawe A, Jiskoot W. Critical evaluation of nanoparticle tracking analysis (NTA) by NanoSight for the measurement of nanoparticles and protein aggregates. *Pharm Res.* mayo de 2010;27(5):796–810.
27. Heidari M, Ghanemi K, Nikpour Y. Applying Al₂O₃@Ag@trithiocyanuric acid as an efficient metal ion scavenger for the selective extraction of iron (III) and lead (II) from environmental waters. *Ecotoxicol Environ Saf.* el 15 de octubre de 2020;203.
28. Dong R, Zhang Q, Gao W, Pei A, Ren B. Highly efficient light-driven TiO₂-Au Janus Micromotors. *ACS Nano.* el 26 de enero de 2016;10(1):839–44.
29. Wang L, Borrelli M, Simmchen J. Self-Asymmetric Yolk–Shell Photocatalytic ZnO Micromotors. *ChemPhotoChem.* el 1 de octubre de 2021;5(10):933–9.
30. Ji J, Fuji M, Watanabe H, Shirai T. Partially functionalized Janus ZnO spheres prepared by protecting mask techniques. *Colloids Surf A Physicochem Eng Asp.* el 5 de enero de 2012;393:6–10.
31. Pourrahimi AM, Villa K, Manzanares Palenzuela CL, Ying Y, Sofer Z, Pumera M. Catalytic and Light-Driven ZnO/Pt Janus Nano/Micromotors: Switching of Motion Mechanism via Interface Roughness and Defect Tailoring at the Nanoscale. *Adv Funct Mater.* el 31 de mayo de 2019;29(22).
32. Xie W, Zhou C, Zhang X, Du S, Wang W, Wang H, et al. Large-scale Synthesis of Uniform and Shape-tunable ZnO/Polysiloxane Janus Micromotors Powered by Visible Light and Pure Water. *ChemNanoMat.* el 1 de diciembre de 2020;6(12):1749–53.
33. Mou F, Xie Q, Liu J, Che S, Bahmane L, You M, et al. ZnO-based micromotors fueled by CO₂: The first example of self-reorientation-induced biomimetic chemotaxis. *Natl Sci Rev.* el 1 de noviembre de 2021;8(11).
34. Su H, Li S, Yang G, Qian K. Janus Micro/Nanorobots in Biomedical Applications. *Adv Healthc Mater.* el 29 de junio de 2023;12(16).
35. Zehavi M, Sofer D, Miloh T, Velev OD, Yossifon G. Optically Modulated Propulsion of Electric-Field-Powered Photoconducting Janus Particles. *Phys Rev Appl.* el 22 de agosto de 2022;18(2):024060.
36. Jiang Y, Mao Q, Ma T, Liu X, Li Y, Ren S, et al. Facile preparation of Fe₂O₃ Al₂O₃ composite with excellent adsorption properties towards Congo red. *Ceram Int.* el 15 de mayo de 2021;47(10):13884–94.
37. Stober W, Fink A, Ernst Bohn D. Controlled Growth of Monodisperse Silica Spheres in the Micron Size Range 1. Vol. 26, *JOURNAL OF COLLOID AND INTERFACE SCIENCE.* 1968.
38. Wang L, Borrelli M, Simmchen J. Self-Asymmetric Yolk–Shell Photocatalytic ZnO Micromotors. *ChemPhotoChem.* el 26 de octubre de 2021;5(10):933–9.