



# Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

Maestría en Tecnologías en Materiales Avanzados



## Tesis

**“RECUBRIMIENTO DE ÓXIDO DE TUNGSTENO NANOESTRUCTURADO SOBRE POLIÉSTER POR LA TÉCNICA HFCVD Y SU EVALUACIÓN COMO MATERIAL BIOCIDA”**

que para obtener grado de

**Maestro en Ciencias en Tecnologías en Materiales Avanzados**

Presenta:

**Ing. Edgar Méndez Guzmán**

Asesores:

**Dr. Gerardo Francisco Pérez Sánchez**

**Dra. Sarai Cruz Leal**

Puebla, México

Junio 2024



# Dedicatoria y agradecimientos

Para mi esposa e hijas (Alba, Andy y Vale)

Agradezco a la Dra. Margarita Cerón Rivera por todo el apoyo desde el inicio y durante mis estudios de maestría.

Al Dr. Gerardo F. Pérez Sánchez por las enseñanzas y la gran paciencia en enseñarme mucho de lo que sabe.

A la Dra. Miriam Sarai Cruz Leal por todo el soporte desde el inicio de mis estudios de maestría, hasta el día de hoy.

A mi coordinadora y Mtra. Adriana Quiroz Hernández y la Universidad Iberoamericana por creer en mí y en todo el apoyo brindado desde mi inicio como docente.

A mi colega y amigo Ing. José Manuel Pérez Lezama y la empresa AUNDE por todo el apoyo brindado para el desarrollo del material textil, así como de sus laboratorios.

A Volkswagen de México por el apoyo en los recursos brindados hacia este gran proyecto.

A la Dra. Alondra Alvarado Ibáñez por las pruebas bactericidas en las telas recubiertas.

Al Técnico Nicolás Morales López por su apoyo en los procesos tecnológicos implicados en la obtención de recubrimientos de  $WO_x$ .

Y a todas las personas que directa o indirectamente han contribuido al desarrollo de esta tesis.

# Lista de Ilustraciones

<b>Figura 1</b> Ejemplos de diferentes nanoestructuras: (a) nanoalambres, (b) nanobarras cortas; (c) nanocintas y, (d) nanotubos [20]. .....	20
<b>Figura 2</b> Esquema representativo de un nanotubo de carbono [23]. .....	20
<b>Figura 3</b> Nanofibras poliméricas [29]. .....	22
<b>Figura 4</b> Síntesis de nanopartículas de cobre sobre textil por técnica de impregnación [33]. .....	23
<b>Figura 5</b> Nanofibras No-tejidas de poliéster [42]. .....	24
<b>Figura 6</b> Estructura química del poliéster [44]. .....	25
<b>Figura 7</b> Corresponde a estructura cristalina de $WO_3$ [60]. .....	31
<b>Figura 8</b> Proyecciones de celdas 3D junto con las vistas a lo largo de la [010] dirección cristalográfica para la estructura cúbica ideal (c- $WO_3$ ) y para la fase estable a temperatura ambiente (monoclínica, $\gamma$ - $WO_3$ ) [61]. .....	32
<b>Figura 9</b> Ejemplo de la estructura cristalina de la fase $W_{18}O_{49}$ en fase Magneli en la proyección celular 3D y a lo largo de la dirección cristalográfica [010],[61]. .....	33
<b>Figura 10</b> Tonalidades características de algunos subóxidos del tungsteno [63]. .....	33
<b>Figura 11</b> Presentación de diversas aplicaciones de $WO_3$ basadas en su naturaleza semiconductora junto con las propiedades foto(electro)catalíticas bajo radiación de luz [60]. .....	34
<b>Figura 12</b> Mecanismo básico de fotocatalisis del $WO_x$ [60]. .....	36
<b>Figura 13</b> Los bordes de las bandas de valencia y conducción de $WO_3$ frente al electrodo de hidrógeno estándar (SHE por sus siglas en inglés), junto con él y los potenciales de reacción de evolución del hidrógeno para la división del agua, y la potencial de oxidación de los radicales hidroxilo y el potencial de reducción de radicales superóxido relevantes para la oxidación de contaminantes orgánicos, así como para la inactivación de microbios [60]. .....	37
<b>Figura 14</b> Esquema que muestra las bandas prohibidas de varios fotocatalizadores semiconductores comunes frente a potenciales redox de un electrodo de hidrógeno normal [78]. .....	39
<b>Figura 15</b> Imagen SEM de Bacterias E. coli [80]. .....	40
<b>Figura 16</b> Coronavirus humano OC43 [84]. .....	41
<b>Figura 17</b> Filamento de tungsteno [91]. .....	43

<b>Figura 18</b> Parámetros del ensayo Xenotest [96].	45
<b>Figura 19</b> Periodos prueba Xenotest [96].	46
<b>Figura 20</b> Simulación de zonas (carga térmica) en forma de periodos de exposición UV [96].	47
<b>Figura 21</b> Diagrama equipo Martindale: soporte de la muestra, 2 cabezal porta muestras, 3 probeta [97].	48
<b>Figura 22</b> Diagrama zona abrasión [97].	48
<b>Figura 23</b> Proceso de a) lavado y b) secado de los sustratos textiles.	50
<b>Figura 24</b> Diagrama reactor HFCVD [4].	51
<b>Figura 25</b> Corresponde a un Microscopio electrónico de transmisión modelo JEOL JEM-ARM200CF.	56
<b>Figura 26</b> Corresponde a un Microscopio Electrónico de Barrido modelo VEGA TS 5136SB TESCAN.	58
<b>Figura 27</b> Corresponde a un equipo: X-ray diffractometer X'PERT PRO MRD of PANalytical.	60
<b>Figura 28</b> Representación esquemática del ensayo de difusión en disco de Kirby-Bauer [106].	61
<b>Figura 29</b> Aplicación de sensidiscos de antibióticos [107].	61
<b>Figura 30</b> Medición zonas de halos de inhibición (Cuanto mayor sea el tamaño del halo, más efectivo será el agente antimicrobiano en inhibir el crecimiento bacteriano) [107].	63
<b>Figura 31</b> Preparación de la muestra textil previo al cultivo del virus OC43.	65
<b>Figura 32</b> Esterilización de la muestra textil funcionalizada con WO <sub>x</sub> .	66
<b>Figura 33</b> Inoculación del virus OC43 sobre el textil.	67
<b>Figura 34</b> Incubación del virus OC43 durante 2 horas a temperatura ambiente.	67
<b>Figura 35</b> Lavado y agitado con agua y detergente estándar.	69
<b>Figura 36</b> Dilución serial para obtener concentraciones decrecientes del virus OC43.	70
<b>Figura 37</b> Cultivo de células semilla susceptibles al virus OC43.	71
<b>Figura 38</b> Análisis de resultados CPE+ (Control de Eficiencia Positiva) / CPE- (Control de Eficiencia Negativa).	72
<b>Figura 39</b> Gráfica que corresponde a la determinación de peso del recubrimiento WO <sub>x</sub> sobre poliéster en función del tiempo de depósito.	76
<b>Figura 40</b> Micrografía de SEM del tejido “prístino” de poliéster, b) Imagen a mayor amplificación que muestra las características morfológicas de un manajo de fibras de poliéster.	78

<b>Figura 41</b> a) Micrografía a baja resolución que muestra al tejido funcionalizado con $WO_x$ , b) Recubrimiento homogéneo y conformal sobre una fibra de poliéster con aglomerados tipo coliflor, c) Histograma que proporciona el tamaño promedio de las aglomeraciones sobre la superficie del poliéster cuyo promedio se encuentra en 630 nanómetros. ....	79
<b>Figura 42</b> Prueba de abrasión Martindale: a) vista transversal b) vista lateral de la probeta abrasión [97].....	79
<b>Figura 43</b> Prueba de abrasión Martindale: a) Imagen de SEM de las fibras de poliéster después de 35,000 ciclos de abrasión, b) Imagen a mayor amplificación con material remanente de $WO_x$ en la superficie de la fibra de poliéster.....	80
<b>Figura 44</b> Caracterización por HRTEM del recubrimiento $WO_x$ .....	82
<b>Figura 45</b> Difractograma de XRD del recubrimiento nanoestructurado de $WO_x$ . ....	83
<b>Figura 46</b> Pruebas de difusión en agar empleando recubrimientos de $WO_x$ sobre poliéster con diferentes tiempos de incubación. ....	84
<b>Figura 47</b> Pruebas de difusión en agar del recubrimiento de $WO_x$ ; Cepa bacteriana E. coli, 24 hrs. ....	86
<b>Figura 48</b> Pruebas de difusión en agar del recubrimiento de $WO_x$ ; E. coli, 72 hrs. Y con 1.2 cm de inhibición.....	87
<b>Figura 49</b> Pruebas de difusión en agar del recubrimiento de $WO_x$ ; E. coli, 96 horas.....	88
<b>Figura 50</b> Diagrama de caja que representa las dimensiones de los halos de inhibición para la bacteria E. coli considerando diferentes tiempos de incubación y sustratos textiles. ....	89
<b>Figura 51</b> Diagrama de caja que representa las dimensiones de los halos de inhibición para la bacteria Pseudomona aeruginosa considerando diferentes tiempos de incubación y sustratos textiles. ....	90
<b>Figura 52</b> Reporte resultados ISO 18184 [117]. ....	92
<b>Figura 53</b> Reporte resultados ISO 18184 [117]. ....	93
<b>Figura 54</b> Caratula de Reporte resultados ISO 18184 [117]. ....	94
<b>Figura 55</b> Reporte resultados ISO 18184 [117]. ....	95
<b>Figura 56</b> Reporte resultados ISO 18184 [117]. ....	96
<b>Figura 57</b> Representación del recubrimiento conformal de óxido de tungsteno nanoestructurado sobre tela de poliéster.....	98

**Figura 58** Diagrama esquemático que describe el mecanismo de la actividad antibacterial del  $WO_x$ . [118]. ..... 100

**Figura 59** Mecanismo biocida. a) Diagrama esquemático que describe el mecanismo antibacterial y b) antiviral del  $WO_x$  [118]. ..... 102

# Lista de Tablas

<b>Tabla 1</b> Diferentes tipos de nanotextiles y métodos de funcionalización [54].....	28
<b>Tabla 2</b> Propiedades fungicidas de los nanotextiles [54]. .....	29
<b>Tabla 3</b> Propiedades antibacterianas de los nanotextiles [54].....	30
<b>Tabla 4</b> Mediciones empleadas para obtener el peso del recubrimiento de WO <sub>x</sub> en poliéster para las tres temperaturas de depósito.....	75
<b>Tabla 5</b> Patrones estándar de halo de inhibición de acuerdo con la Sociedad Española de Enfermedades [115]. .....	85

# Índice

Dedicatoria y agradecimientos .....	3
Lista de Ilustraciones.....	4
Lista de Tablas .....	8
Glosario .....	11
Abstract .....	13
Resumen .....	14
CAPÍTULO I.....	15
<b>1.1    Introducción.....</b>	<b>15</b>
<b>1.2    Planteamiento del problema.....</b>	<b>16</b>
<b>1.3    Hipótesis .....</b>	<b>16</b>
<b>1.4    Objetivo general .....</b>	<b>16</b>
<b>1.5    Objetivos específicos .....</b>	<b>16</b>
<b>1.6    Justificación .....</b>	<b>17</b>
<b>1.7    Desarrollo de los capítulos.....</b>	<b>18</b>
CAPITULO II .....	19
<b>2.1    Antecedentes y revisión de la literatura .....</b>	<b>19</b>
<b>2.2    Nanomateriales.....</b>	<b>19</b>
<b>2.3    Nanoestructuras.....</b>	<b>19</b>
<b>2.4    Nanotecnología .....</b>	<b>21</b>
<b>2.5    Nanotextiles.....</b>	<b>21</b>
<b>2.6    Poliéster .....</b>	<b>25</b>
<b>2.7    Propiedades antimicrobianas en textiles .....</b>	<b>25</b>
<b>2.8    Propiedades del óxido de tungsteno .....</b>	<b>31</b>
<b>2.9    E. coli.....</b>	<b>40</b>
<b>2.10    Coronavirus humano OC43.....</b>	<b>41</b>
<b>2.11    Técnica HFCVD .....</b>	<b>42</b>
<b>2.12    Caracterización físico-mecánicas textil .....</b>	<b>44</b>
<b>2.12.1    Ensayo Xenotest.....</b>	<b>44</b>
<b>2.12.2    Ensayo abrasión Martindale.....</b>	<b>47</b>
CAPITULO III .....	50
<b>3.1    Metodología.....</b>	<b>50</b>
<b>3.2    Limpieza poliéster .....</b>	<b>50</b>
<b>3.3    Limpieza filamento .....</b>	<b>50</b>

3.4	Depósito WO <sub>x</sub> .....	51
3.5	Técnicas de caracterización .....	53
3.5.1	Microscopía de Transmisión Electrónica (TEM) .....	53
3.5.2	Microscopía de Barrido Electrónico (SEM) .....	56
3.5.3	Difracción de rayos X (XRD).....	58
3.5.4	Método difusión antimicrobiana (Kirby-Bauer) .....	60
3.5.5	Método ISO 18184 Prueba de actividad antiviral (OC43) Coronavirus humano 64	
3.5.6	Estimación del peso del recubrimiento de WO <sub>x</sub> en fibra de poliéster.	74
CAPITULO IV .....		77
4.1	Análisis y discusión de resultados .....	77
4.2	Depósito de los recubrimientos de WO <sub>x</sub> sobre poliéster mediante HFCVD .....	77
4.3	Caracterización abrasión.....	79
4.4	Caracterización HRTEM .....	81
4.5	Caracterización XRD .....	82
4.6	Caracterización antibacteriana .....	84
4.7	Caracterización ISO 18184 Prueba de actividad antiviral (OC43) Coronavirus humano .....	92
4.8	Mecanismo antibacterial del WO <sub>x</sub> .....	98
4.9	Mecanismo antiviral del WO <sub>x</sub> .....	101
CAPITULO V .....		103
5.1	Conclusiones .....	103
5.2	Trabajos futuros .....	104
Bibliografía .....		105

# Glosario

**HFCVD:** Por sus siglas en inglés: Hot Filament Chemical Vapor Deposition, deposición química de vapor por filamento caliente.

**WO<sub>x</sub>:** Óxido de tungsteno.

**Nanométrico:** La palabra está formada con raíces griegas y significa "relativo a una longitud que equivale a una mil millonésima parte de un metro" (1 nanómetro =  $1 \times 10^{-9}$  metros).

**Conformal:** Término utilizado para describir una capa o recubrimiento que se adapta o sigue la forma de la superficie subyacente de manera precisa y uniforme, sin alterar su geometría original.

**Funcionalización:** Proceso de modificar a nivel molecular añadiendo o alterando grupos funcionales.

**OC43:** (HCoV-OC43 de Human Coronavirus OC43) El coronavirus humano es un miembro de la especie Betacoronavirus 1 que infecta a humanos, descubierto en 1967.

**Nanoestructurado:** Se refiere a la estructura a nivel nanométrico de un material. Implica que el material tiene características, patrones o propiedades a escala nanométrica, es decir, en el rango de tamaño de nanómetros.

**Poliéster funcionalizado:** Muestra de textil (para fines de esta investigación, se refiere a poliéster) con recubrimiento de óxido de tungsteno nanoestructurado y conformal mediante la técnica HFCVD.

**Poliéster prístino:** Poliéster puro sin mezcla de otros compuestos o materiales.

**Nanomaterial:** Material con una dimensión dentro de la nano escala, que posea una medida menor a 100 nm.

**Nanotecnología:** Aplicación del conocimiento científico para manipular o controlar en el tamaño a nano escala, con el fin de utilizar las propiedades dependientes del tamaño o estructura.

**UV:** Radiación ultravioleta.

**Nivel de Fermi:** Se encuentra en la banda de conducción hipotética que da lugar a electrones libres para la conducción. En semiconductores que son intrínsecos, la posición del nivel de Fermi está dentro de la banda prohibida, aproximadamente a mitad del intervalo de esta banda.

**SEM:** Microscopio electrónico de barrido (Scanning Electron Microscope, por sus siglas en inglés).

**TEM:** Se refiere al "microscopio electrónico de transmisión" (Transmission Electron Microscope, por sus siglas en inglés). El microscopio TEM es un tipo de microscopio electrónico que utiliza un haz de electrones para generar imágenes de alta resolución de muestras muy delgadas, en el rango de Angstroms [ $\text{\AA}$ ].

**XRD:** Se refiere a "difracción de rayos X" (X-ray Diffraction, por sus siglas en inglés). El equipo de rayos XRD es una herramienta utilizada para analizar la estructura cristalina de materiales sólido.



# Abstract

The use of nanotextiles with antimicrobial and antiviral properties has generated significant interest in various fields, especially in the medical and public health sectors. These materials have the potential to prevent the proliferation of harmful pathogenic microorganisms on textile surfaces, which could greatly aid in the prevention of infectious diseases. In this research work, the development of a nanostructured coating based on tungsten oxide is proposed to confer antimicrobial and antiviral properties to polyester substrates.

The research is focused on the synthesis of nanostructured tungsten oxide on textile material using the HFCVD technique. The HFCVD system was adapted to obtain nanostructured coatings on textile fibers at low temperature. Also, the synthesis process was optimized to obtain conformal and homogeneous coatings by controlling the growth parameters. Based on these findings, HFCVD is a novel method that is easy to use, scalable, repeatable, and eco-friendly for producing nanostructured coatings on textiles, allowing the implementation of a viable, simple, scalable, and reproducible process with the potential to coat polyester fibers with  $WO_x$  nanostructured material.

Morphological, structural, and chemical characterization was analyzed using characterization techniques such as SEM, TEM, HRTEM, and XRD. According to these results, it was shown that the coatings are composed of agglomerated particles, forming a cauliflower-like structure with an average size of 600 nanometers. High resolution images showed that the agglomerated particles, in turn, are formed by quasi-spherical nanoparticles immersed in an amorphous matrix. Additionally, Xenotest and Martindale tests were conducted to assess resistance to light exposure and wear, respectively, both producing favorable results.

The antimicrobial and antiviral effectiveness of the nanotextiles was assessed through laboratory tests, including inhibition assays of bacterial growth (Kirby-Bauer method) and viral (ISO 18184 standard). The results showed that the  $WO_x$  coating on polyester fiber successfully inhibits microorganisms such as *E. coli* and Coronavirus OC43.

The development of nanotextiles with antimicrobial and antiviral coatings offers a promising approach to improve hygiene and safety in various applications, from clothing to medical equipment. The results obtained in this experimental study support the feasibility and effectiveness of this technology in infection prevention. Areas for improvement are identified, and future research is suggested to optimize the coating process and expand the range of applications for antimicrobial and antiviral nanotextiles.

# Resumen

El uso de nanotextiles con propiedades antimicrobianas y antivirales ha despertado gran interés en distintos campos, especialmente en el ámbito médico y de salud. Estos materiales ofrecen la capacidad de prevenir la proliferación de microorganismos patógenos en superficies textiles, lo que puede contribuir significativamente a la prevención de enfermedades infecciosas.

En este trabajo de investigación, se propone desarrollar un recubrimiento nanoestructurado a base de óxido de tungsteno que confiera propiedades antimicrobianas y antivirales a sustratos de poliéster. El estudio se basa en la síntesis de óxido de tungsteno nanoestructurado sobre el material textil a partir de la técnica HFCVD, para tal fin, fueron explorados distintos mecanismos y parámetros de síntesis, lo que permitió implementar un proceso viable, simple, escalable y reproducible con alto potencial para recubrir fibras de poliéster con material nanoestructurado de  $WO_x$ .

La caracterización morfológica, estructural, y química, fue analizada mediante técnicas de caracterización como; SEM, TEM, HRTEM y XRD, Con base a esos resultados se mostró que los recubrimientos están conformados por partículas aglomeradas formando una estructura tipo coliflor y con un tamaño en promedio de 600 nm, imágenes de alta resolución mostraron que las partículas aglomeradas, a su vez están formadas por nanopartículas cuasi esferoidales inmersas en una matriz amorfa. Adicionalmente, se realizaron las pruebas Xenotest y Martindale para determinar la resistencia a la exposición lumínica y al desgaste de la superficie de las fibras respectivamente, ambos con resultados favorables.

La eficacia antimicrobiana y antiviral de los nanotextiles se evaluó mediante ensayos de laboratorio que incluyen pruebas de inhibición de crecimiento bacteriano (método de Kirby-Bauer) y viral (norma ISO 18184), con lo que se demostró que el recubrimiento de  $WO_x$  sobre fibra de poliéster actúa eficazmente para la inhibición de microorganismos como *E. coli* y Coronavirus OC43.

El desarrollo de nanotextiles con recubrimiento antimicrobiano y antiviral ofrece un enfoque prometedor para mejorar la higiene y seguridad en diversas aplicaciones, desde prendas de vestir hasta equipos médicos. Los resultados obtenidos en este estudio experimental respaldan la viabilidad y la eficacia de esta tecnología en la prevención de infecciones. Se identifican áreas de mejora y se sugieren futuras investigaciones para optimizar el proceso de recubrimiento y ampliar la gama de aplicaciones de los nanotextiles antimicrobianos y antivirales.

# CAPÍTULO I

## 1.1 Introducción

Los materiales textiles poseen propiedades inherentes que los hacen únicos, destacan por su flexibilidad, ligereza, resistencia mecánica, entre otros. Dentro de la amplia gama de fibras textiles el poliéster es ampliamente utilizado debido a sus propiedades físico-mecánicas [1], y de resistencia a los rayos UV por lo que comúnmente es utilizado en la industria automotriz para el interior de los automóviles y en la industria del vestido.

En años recientes, ha tomado relevancia el desarrollo de textiles antimicrobianos y antivirales, esto con el objetivo de generar superficies que inhiban la proliferación de microorganismos en la superficie [2], para tal fin, se han empleado distintos materiales como plata y cobre.

En este proyecto se propone explorar el óxido de tungsteno ( $WO_x$ ) para este mismo fin, debido a que este material presenta propiedades como estabilidad química, propiedades eléctricas y ópticas que lo convierten en un material prometedor para inhibir la proliferación de microorganismos. Para dicho propósito, se plantea el uso de la técnica HFCVD para la obtención de óxido de tungsteno, la cual produce películas que recubren la superficie del sustrato de forma conformal [3].

Después de un minucioso estudio del estado del arte, se observó una información casi nula relacionada con la funcionalización de textiles sintéticos, específicamente mediante recubrimientos basados en óxidos metálicos utilizando la técnica HFCVD [4], lo que sugiere que este enfoque es novedoso y ofrece amplias oportunidades de investigación.

El campo de la funcionalización de textiles mediante recubrimientos basados en óxidos metálicos utilizando la técnica referida anteriormente es relativamente nueva y, por lo tanto, hay una falta de literatura específica al respecto.

## 1.2 Planteamiento del problema

En la actualidad, existe una creciente preocupación por el desarrollo de superficies con propiedades biocidas [5], es decir, que puedan inhibir o prevenir el crecimiento de microorganismos [6]. Los recubrimientos biocidas son especialmente relevantes en aplicaciones médicas, alimentarias y textiles, donde la proliferación de bacterias, hongos, virus u otros organismos puede ser perjudicial para la salud [7].

El óxido de tungsteno nanoestructurado ha demostrado propiedades antimicrobianas significativas debido a su alta actividad oxidante. Sin embargo, su aplicación directa como recubrimiento presenta ciertas limitaciones, ya que requiere una adhesión adecuada al sustrato para garantizar su estabilidad y eficacia a largo plazo [8].

En este contexto, la técnica de HFCVD se plantea como una opción prometedora para depositar óxido de tungsteno nanoestructurado sobre poliéster. Sin embargo, existen desafíos técnicos y científicos que deben abordarse para lograr un recubrimiento de alta calidad, como la optimización de los parámetros de deposición, la uniformidad del recubrimiento, la adhesión al sustrato y la minimización de la formación de defectos, es decir que cubra a las fibras del textil de modo conformal.

Por lo tanto, el planteamiento del problema de esta tesis se enfoca en investigar y desarrollar un proceso de deposición de óxido de tungsteno nanoestructurado sobre poliéster mediante la técnica HFCVD, con el objetivo de obtener recubrimientos biocidas [9] efectivos y duraderos [10]. Esto implica abordar los desafíos técnicos mencionados anteriormente y evaluar la actividad biocida del recubrimiento resultante [11].

## 1.3 Hipótesis

La funcionalización del poliéster con óxido de tungsteno nanoestructurado mejora su rendimiento de inactivación tanto para bacterias, así como para virus.

## 1.4 Objetivo general

Explorar la técnica HFCVD para la obtención de recubrimientos de  $WO_x$  sobre tela de poliéster y evaluar las propiedades biocidas (*E. coli*, *P. aeruginosa* y coronavirus OC432), además analizar la estabilidad del recubrimiento, así como su potencial aplicación en textiles automotrices que requieran materiales con propiedades biocidas.

## 1.5 Objetivos específicos

- 1.5.1 Correlacionar los principios fundamentales de la técnica HFCVD y su aplicación como recubrimiento de óxido de tungsteno nanoestructurado sobre poliéster.
- 1.5.2 Diseñar y optimizar el proceso de recubrimiento de óxido de tungsteno nanoestructurado sobre poliéster utilizando la técnica HFCVD, teniendo en cuenta parámetros como la temperatura, el vacío, distancia entre el filamento y el sustrato y el tiempo de depósito.

- 1.5.3 Caracterizar el recubrimiento conformal de manera morfológica, estructural, mecánica y química, para determinar la uniformidad del recubrimiento, la adhesión al sustrato de poliéster y la presencia de nanoestructuras de óxido de tungsteno que contribuyan a las propiedades biocidas del material a través de: TEM, SEM, XRD, MARTINDALE, exposición UV (Xenotest), método de difusión antimicrobiana (Kirby-Bauer) y método ISO 18184 prueba de actividad antiviral (OC43) Coronavirus humano.
- 1.5.4 Evaluar las propiedades biocidas del recubrimiento de óxido de tungsteno nanoestructurado sobre poliéster mediante pruebas de actividad antimicrobiana (Kirby-Bauer) y antiviral (ISO 18184).

## 1.6 Justificación

El desarrollo de nuevos materiales con propiedades biocidas es de gran importancia en diversos campos, como la industria textil y el sector automotriz, debido a la creciente preocupación por la resistencia microbiana y la necesidad de controlar la proliferación de microorganismos patógenos. El recubrimiento de óxido de tungsteno nanoestructurado sobre poliéster mediante la técnica HFCVD presenta un gran potencial como material biocida debido a las propiedades antimicrobianas intrínsecas del óxido de tungsteno [12] y su capacidad para inhibir el crecimiento de microorganismos sobre fibras de poliéster.

En el Centro de Investigación de Fisicoquímica de Materiales del ICUAP se ha venido trabajando con óxido de tungsteno nanoestructurado y cuenta con experiencia en la funcionalización de textiles de algodón [13], a pesar de que este material ( $WO_x$ ) presenta buena eficiencia antibacterial y antiviral; no se ha explorado su efectividad en sustratos textiles.

Por lo que, se requiere una investigación exhaustiva para optimizar el proceso de recubrimiento y comprender los mecanismos de inactivación asociados a sus propiedades fisicoquímicas, mecánicas y de resistencia a la luz UV.

Esta investigación contribuirá al avance científico y tecnológico al proporcionar un nuevo enfoque para el desarrollo de materiales biocidas. Además, se espera que los resultados obtenidos puedan tener aplicaciones prácticas en la fabricación de textiles automotrices para tales propósitos.

En última instancia, el desarrollo de este recubrimiento sobre poliéster puede tener un impacto significativo en la prevención de infecciones, la seguridad de productos y la protección de la salud pública [14].

## 1.7 Desarrollo de los capítulos

El **Capítulo II**, aborda los fundamentos esenciales, centrándose en la nanotecnología y su influencia en la industria textil, así como en la modificación de textiles mediante óxidos metálicos. Se discuten las características generales del poliéster, seguido de un análisis de las propiedades del óxido de tungsteno y las técnicas convencionales para la producción de recubrimientos.

En el **Capítulo III**, se detalla el enfoque metodológico, incluyendo el diseño del sistema HFCVD modificado para aplicar recubrimientos en tela de poliéster. Se explican los elementos del sistema, los parámetros de síntesis y las condiciones experimentales. Además, se presentan los principios teóricos detrás de las técnicas de caracterización utilizadas.

El **Capítulo IV** está dedicado a la discusión de los resultados con base a las caracterizaciones: TEM, SEM, XRD, MARTINDALE, exposición UV, Método de difusión antimicrobiana (Kirby-Bauer) y Método ISO 18184 prueba de actividad antiviral (OC43) Coronavirus humano.

Por último, en el **Capítulo V** se presentan las conclusiones.

# CAPITULO II

## 2.1 Antecedentes y revisión de la literatura

Realizando revisión al estado del arte, se observó una información casi nula relacionada con la funcionalización de textiles sintéticos, específicamente mediante recubrimientos basados en óxidos metálicos utilizando la técnica HFCVD aquí planteada, lo que sugiere que este enfoque es novedoso y ofrece amplias oportunidades de investigación utilizando la técnica referida anteriormente ya que es relativamente nueva y, por lo tanto, hay una falta de literatura específica al respecto.

También este capítulo trata de los conceptos básicos considerando como punto de partida el impacto de la nanotecnología en la industria textil y la funcionalización de textiles con óxidos metálicos. Enseguida se presentan las generalidades del poliéster. Finalmente se mencionan, las propiedades del óxido de tungsteno, propiedades de funcionalización, así como la descripción de bacterias y virus.

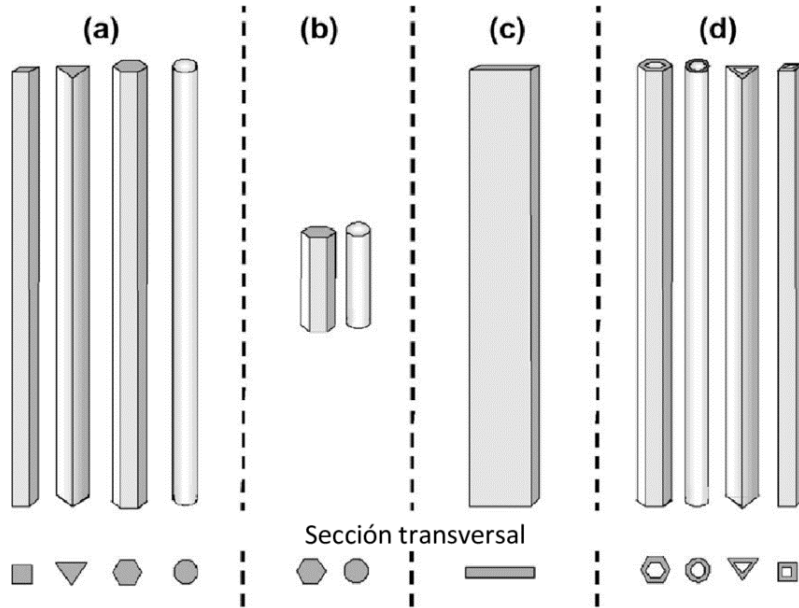
## 2.2 Nanomateriales

Los nanomateriales son materiales que tienen propiedades especiales debido a su tamaño extremadamente pequeño en la escala de nanómetros. Un nanómetro es igual a una milmillonésima parte de un metro, lo que significa que los nanomateriales tienen dimensiones en el rango de 1 a 100 nanómetros [15]. Debido a su tamaño reducido, los nanomateriales pueden exhibir propiedades físicas, químicas y biológicas diferentes a las de los materiales a granel, algunos ejemplos comunes incluyen nanopartículas, nanofibras, nanocompuestos y nanotubos [16].

## 2.3 Nanoestructuras

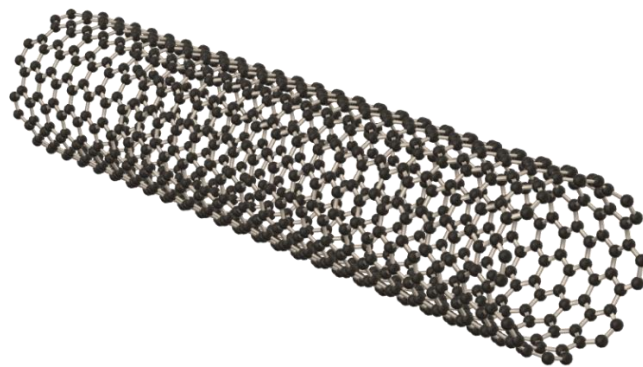
Las nanoestructuras se refieren específicamente a la organización y disposición de los átomos o moléculas en una estructura a escala nanométrica, lo que puede conferir propiedades únicas como propiedades ópticas, eléctricas y mecánicas al material [17]. A continuación, se enlistan algunos ejemplos de nanoestructuras.

**Nanopartículas:** Son partículas sólidas con dimensiones en el rango de los nanómetros que oscilan típicamente entre 1 y 100 nanómetros. Pueden ser esféricas, cilíndricas, planas u otras formas [18].  
**Los Nanocables y nanofibras:** Son estructuras alargadas con diámetros en la escala de los nanómetros [19] que consisten en un núcleo central rodeado por una capa delgada de un material distinto. Estas últimas son estructuras más delgadas, similares a hilos o filamentos, y se utilizan en campos como la electrónica flexible, la ingeniería de tejidos y la nanomedicina (Fig. 1).



**Figura 1** Ejemplos de diferentes nanoestructuras: (a) nanoalambres, (b) nanobarras cortas; (c) nanocintas y, (d) nanotubos [20].

Parte importante dentro de estos materiales están los nanotubos, los cuales son estructuras tubulares con un diámetro en la escala de los nanómetros. Los nanotubos pueden estar compuestos de carbono (nanotubos de carbono) u otros materiales, como óxidos metálicos [21], estos son conocidos por su alta resistencia mecánica y conductividad eléctrica, y se utilizan en aplicaciones como la electrónica, la nanofabricación y la investigación biomédica (Fig. 2). Y por último están las nanobarras que se utilizan en aplicaciones como dispositivos ópticos, sistemas de detección y tecnologías de almacenamiento de energía [22].



**Figura 2** Esquema representativo de un nanotubo de carbono [23].

## 2.4 Nanotecnología

La nanotecnología es un campo interdisciplinario que se centra en la manipulación y control de la materia a una escala extremadamente pequeña, a nivel de átomos y moléculas, típicamente en el rango de 1 a 100 nanómetros. En esta escala, la materia muestra propiedades y comportamientos únicos, lo que permite diseñar y crear materiales, dispositivos y sistemas con funcionalidades mejoradas y novedosas [24].

Este campo tiene un impacto significativo en diversas áreas, incluyendo la medicina, la electrónica, la energía, la industria y más. Por ejemplo, en medicina, se utilizan nanopartículas para administrar fármacos de manera precisa y eficaz, así como para desarrollar técnicas de diagnóstico avanzadas. En electrónica, la nanotecnología contribuye a la miniaturización de componentes y al desarrollo de dispositivos más eficientes [25].

## 2.5 Nanotextiles

La fabricación de nanotextiles implica la integración de nanomateriales en textiles convencionales para conferir propiedades mejoradas y novedosas, como: resistencia a la suciedad, repelencia a los líquidos, resistencia a la abrasión, propiedades antibacterianas, conductividad eléctrica y más [26]. A continuación, se describen algunos métodos comunes para la fabricación de nanotextiles:

### a) Recubrimiento químico o físico:

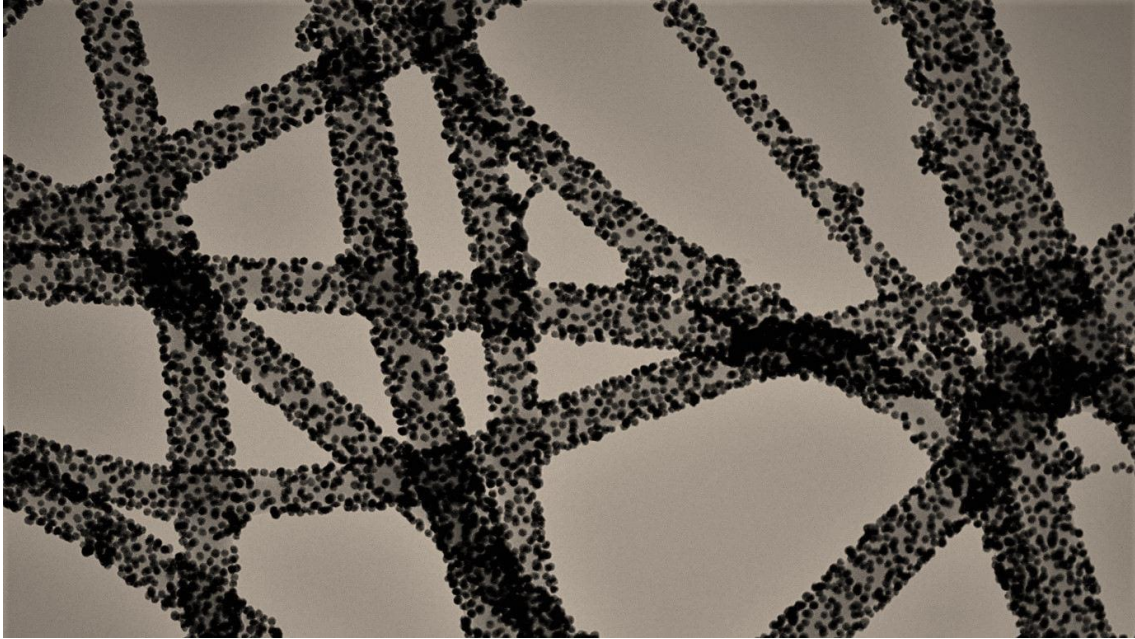
Este método implica aplicar una capa delgada de nanomateriales sobre la superficie de las fibras textiles a través de técnicas como deposición química en fase vapor (CVD), pulverización catódica, entre otras.

### b) Electro-hilado:

El electrohilado, también conocido como electrospinning, es una técnica avanzada que permite la fabricación de nanofibras mediante la aplicación de un campo eléctrico a una solución polimérica [27], esta técnica ha ganado una atención significativa en diversos campos debido a la capacidad de producir fibras con diámetros en la escala de nanómetros, lo que resulta en propiedades únicas y aplicaciones prometedoras.

El proceso de electrohilado implica la formación de una gota de polímero líquido en la punta de una aguja cargada eléctricamente. Cuando la fuerza eléctrica supera la tensión superficial del polímero, se inicia la formación de una corriente que estira y adelgaza la gota, generando una estructura fibrosa.

Las fibras resultantes son colectadas en un sustrato para formar una malla tridimensional de nanofibras (Fig. 3), [28].



*Figura 3 Nanofibras poliméricas [29].*

Las aplicaciones del electrohilado abarcan una amplia gama de campos, desde la medicina hasta la electrónica y la ingeniería de materiales [30].

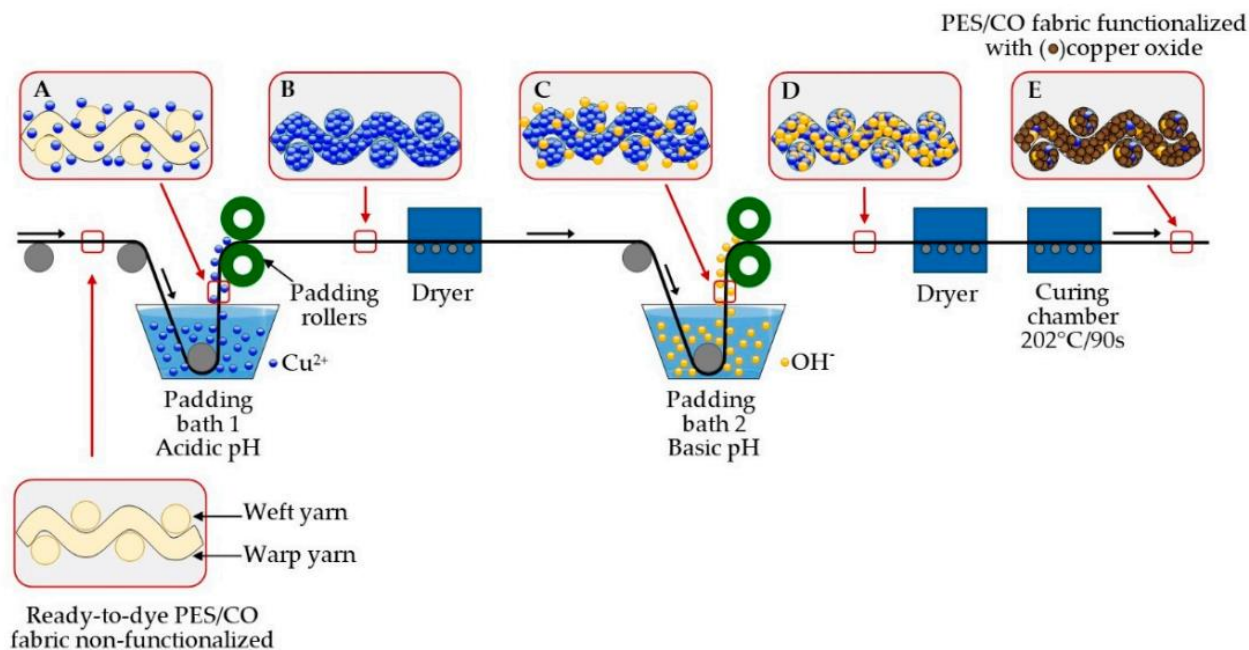
En medicina, por ejemplo, las nanofibras electrohiladas se utilizan para desarrollar andamios para la regeneración de tejidos y sistemas de liberación controlada de fármacos debido a su alta relación superficie-volumen. En la electrónica, las nanofibras pueden servir como componentes clave en dispositivos flexibles y sensores de niveles de temperatura de alto rendimiento.

c) Inserción de nanofibras durante la fabricación de hilos:

Durante el proceso de hilado convencional, se pueden incorporar nanofibras en la estructura de los hilos mediante diferentes técnicas, como el hilado en fusión, hilado en solución o hilado en gel [31]. Esto mejora las propiedades mecánicas y la funcionalidad de los textiles.

d) Impregnación y recubrimiento con nanopartículas:

Se aplican nanopartículas a los tejidos mediante técnicas de recubrimiento o impregnación comúnmente llamado en la industria de los acabados textiles como “foulard” (Fig. 4). Las nanopartículas pueden consistir en materiales como óxidos metálicos, carbono, dióxido de titanio, cobre, entre otros. Estas nanopartículas mejoran las propiedades antimicrobianas, repelentes al agua y a la suciedad del tejido [32].



*Figura 4 Síntesis de nanopartículas de cobre sobre textil por técnica de impregnación [33].*

El foulard es una máquina muy utilizada en la industria textil que se encarga de aplicar de manera uniforme líquidos, productos químicos o recubrimientos sobre los tejidos [34] este proceso implica varias etapas: preparación del baño de nanopartículas, estas pueden ser de diversos materiales, como óxidos metálicos, polímeros conductores, nanotubos de carbono, entre otros, antes de aplicar este baño de nanopartículas, es común realizar un pretratamiento en el textil para mejorar la adherencia de las nanopartículas. Este pretratamiento puede incluir lavado, desengrasado, activación superficial u otros tratamientos químicos que eliminan impurezas y mejoran la capacidad de absorción del textil [35].

El siguiente paso es la impregnación; el textil se hace pasar a través del foulard, que contiene el baño de nanopartículas, y se sumerge completamente en él. El foulard aplica una presión y velocidad controlada para asegurar una distribución uniforme del baño sobre toda la superficie del textil [36]. Por último, pasa al secado y fijación (curación).

Aunque el método de impregnado "foulard" con productos biocidas ofrece ciertos beneficios en términos de protección antimicrobiana, presenta una serie de desventajas importantes relacionadas con la salud, el medio ambiente, en comparación con la propuesta de funcionalización de textiles con técnicas como la de HFCVD, ya que tiene menor la resistencia microbiana, a la abrasión y lavados [37]. El uso excesivo de agua en estos procesos de impregnado, así como la liberación de productos biocidas durante el proceso de foulardeo y posteriormente durante el uso y lavado de los textiles tratados puede contribuir a la contaminación ambiental.

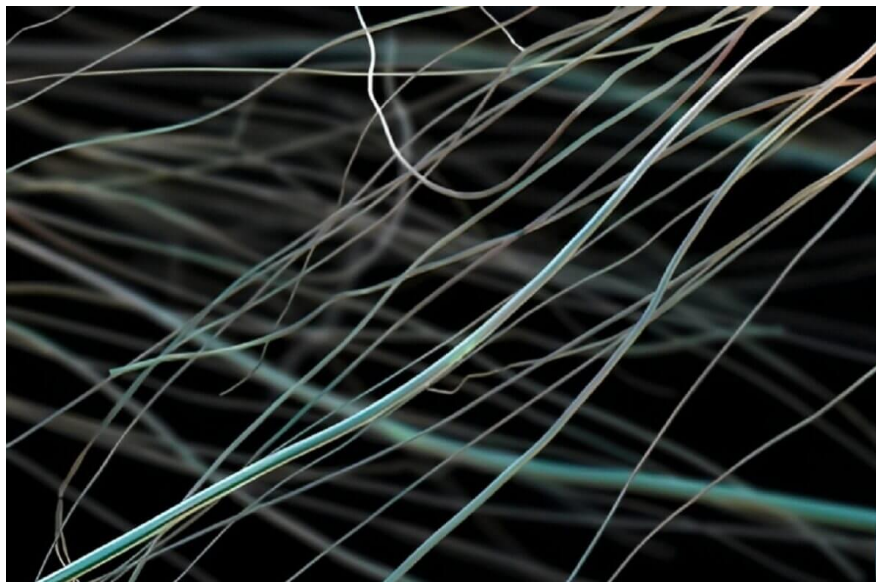
Es crucial considerar estas desventajas y buscar alternativas más seguras y sostenibles para el tratamiento de textiles cuando sea posible [38].

En términos generales lo nanotextiles son textiles que incorporan nanomateriales o han sido tratados con nanotecnología para mejorar sus propiedades. La aplicación de nanotecnología en los textiles permite la modificación y mejora de características como la resistencia, la impermeabilidad, la transpirabilidad, la durabilidad, la repelencia a líquidos y la protección contra los rayos UV, entre otras [39].

Algunas aplicaciones comunes de los nanotextiles incluyen:

Textiles de alto rendimiento.- que pueden mejorar la transpirabilidad y la capacidad de evacuación del sudor, ayudando a mantener al usuario seco y cómodo durante la actividad física intensa [40], textiles resistentes a la mugre y al líquidos ya que estos recubrimientos nanoestructurados pueden proporcionar una barrera repelente lo que facilita la limpieza y prolonga la vida útil de los textiles. La incorporación de sensores y nanosensores en los tejidos permite la monitorización de variables como la temperatura corporal, el ritmo cardíaco y la actividad física, lo que ofrece nuevas oportunidades en el ámbito de la salud y el deporte [41].

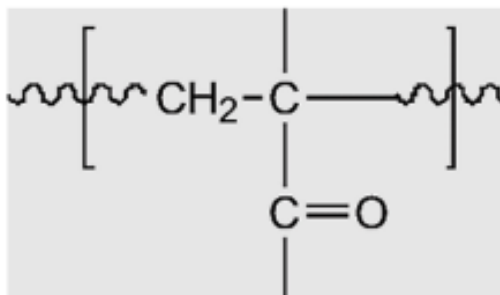
Nanofibras no-tejidas: Son materiales avanzados con propiedades únicas y con diversas aplicaciones potenciales en áreas como: la tecnología de textiles, filtración, biomédica, empaques y más (Fig. 5). Así como textiles con protección UV.



*Figura 5 Nanofibras No-tejidas de poliéster [42].*

## 2.6 Poliéster

La fibra de poliéster es un tipo de fibra sintética fabricada a partir de polímeros de poliéster. El cual es un material termoplástico que se obtiene mediante la polimerización de ésteres de ácido tereftálico y etilenglicol (Fig. 6). La fibra de poliéster es conocida por su resistencia, durabilidad y versatilidad, y se utiliza en una amplia gama de aplicaciones textiles [43].



*Figura 6 Estructura química del poliéster [44].*

Algunas características y ventajas de la fibra de poliéster son: la resistencia a la tracción, lo que significa que puede soportar tensiones y estiramientos sin romperse fácilmente, alta rendimiento a la abrasión, recuperación a la elongación (estática y permanente), tiene baja absorción de humedad, excelente resistencia a las manchas y es fácil de limpiar [45].

## 2.7 Propiedades antimicrobianas en textiles

Las propiedades antimicrobianas en textiles se refieren a la capacidad de los tejidos para inhibir o matar microorganismos, como bacterias, hongos y virus, evitando su crecimiento y propagación en las superficies textiles. Estas propiedades son altamente deseables en numerosas aplicaciones, especialmente en entornos donde se requiere mantener una alta higiene y reducir el riesgo de infecciones, como en hospitales [46].

Algunas de las propiedades antimicrobianas en textiles incluyen:

a) Acción bactericida: Los textiles con propiedades antimicrobianas pueden matar bacterias, evitando su proliferación en las superficies de los tejidos. Esto es especialmente importante en aplicaciones médicas, donde se busca reducir la transmisión de patógenos y prevenir infecciones. Las nanopartículas de plata han sido ampliamente utilizadas para este fin, debido a sus conocidas propiedades antibacterianas, se pueden depositar sobre la superficie de los textiles mediante técnicas de recubrimiento químico o físico, las nanopartículas de plata liberan iones de plata que interfieren con la función celular de las bacterias, lo que inhibe su crecimiento y supervivencia en el textil [47].

Otro material utilizado son los nanotubos de carbono, especialmente los de tipo multi-pared, los cuales también poseen propiedades antibacterianas, los cuales han sido impregnados en la estructura de los textiles durante el proceso de fabricación, los nanotubos de carbono pueden perforar las membranas celulares de las bacterias, dañarlas y causar la muerte celular [48].

b) Acción fungicida: Los textiles antimicrobianos también pueden ser eficaces contra hongos y mohos. Esto es especialmente útil en aplicaciones como la ropa deportiva, los zapatos y las prendas de vestir que se utilizan en entornos húmedos y propensos al crecimiento de hongos. Para tal fin, se ha utilizado principalmente, recubrimientos de nanopartículas de óxido de zinc (ZnO), en donde las nanopartículas de ZnO liberan iones de zinc que interfieren con el metabolismo de los hongos, evitando su crecimiento y desarrollo en el textil. Las nanopartículas de sílice funcionalizada con grupos químicos específicos también son conocidas como agentes antifúngicos y pueden impregnarse en la estructura de los textiles durante el proceso de fabricación, estas nanopartículas pueden dañar la membrana celular de los hongos, inhibiendo su crecimiento [49].

c) Acción antiviral: Algunos textiles antimicrobianos pueden ser efectivos contra virus, ayudando a reducir la propagación de enfermedades virales. Esto es especialmente relevante en aplicaciones como la ropa de protección médica y los textiles utilizados en entornos de alta exposición viral. Las nanopartículas de cobre poseen propiedades antivirales y se pueden aplicar en la superficie de los textiles mediante técnicas de recubrimiento. Las nanopartículas de cobre pueden inactivar los virus al dañar su envoltura y material genético. Se ha reportado que nanofibras de polímeros que contienen agentes antivirales pueden impregnarse en la estructura de los textiles durante el proceso de fabricación, estas nanofibras pueden liberar sustancias antivirales que desactivan los virus al entrar en contacto con ellos [50].

d) Reducción de olores: Los textiles antimicrobianos también pueden ayudar a reducir los malos olores causados por la proliferación de bacterias en las superficies textiles. Esto es especialmente beneficioso en prendas de vestir deportivas y textiles para el hogar que están sujetos a la acumulación de olores. Para dicho propósito se utilizan zeolitas, las cuales pueden impregnarse en la estructura de los textiles durante el proceso de fabricación. Las zeolitas son materiales porosos que pueden absorber y adsorber moléculas odoríferas, neutralizando así los olores desagradables. Adicionalmente, las nanopartículas de sílice mesoporosa pueden aplicarse en la superficie de los textiles mediante técnicas de recubrimiento. Estas nanopartículas tienen una estructura porosa que permite la adsorción de moléculas odoríferas, contribuyendo a la reducción de olores. [51].

Es importante destacar que las propiedades antimicrobianas pueden ser incorporadas a los textiles de diferentes maneras. Esto puede incluir la aplicación de agentes antimicrobianos durante el proceso de fabricación en recubrimiento de los tejidos o la incorporación de nanomateriales con propiedades antimicrobianas en las fibras textiles [52].

Los nanotextiles representan una innovadora clase de materiales que integran nanotecnología en la industria textil, ofreciendo una amplia gama de propiedades funcionales y mejoras en el rendimiento. Los diferentes tipos de nanotextiles se clasifican según los nanomateriales utilizados y los métodos de funcionalización empleados para modificar las propiedades de los tejidos.

Una categoría común de nanotextiles incluye aquellos que utilizan nanopartículas inorgánicas, como nanopartículas de plata, óxido de zinc o dióxido de titanio, para conferir propiedades

antimicrobianas, en la [Tabla 1](#) se presenta una revisión de los atributos de los nanotextiles para diversas aplicaciones biomédicas, ambientales e industriales. Estas nanopartículas se incorporan en los tejidos mediante métodos de impregnación por foulard o recubrimiento de capa delgada, lo que permite mejorar la resistencia a la degradación, protección contra agentes externos y aumentar la vida útil de los textiles [53].

Types of Fabric	Functionalization (Nanomaterials)	Methods of functionalization	Attributes	Potential applications
Cotton and silk	Silver nanoparticles	Pad-Dry-Cure	Antibacterial and antifungal	Biomedical
Cotton	Zinc oxide nanoparticles	Pad-Dry-Cure	Antibacterial, UV-protection, tensile strength and crease resistance	Biomedical, industrial and crease recovery
Silk, cotton and bamboo	Nano-emulsions	Padding (continuous) process and batch (exhaust) process	Antibacterial, antifungal, tensile strength, air and permeability	Biomedical
Cotton	Silica-silver-carbon-based hybrid nanoparticles	Pad-Dry-Cure	Antifungal	Increase in self-life
Cotton	Titanium dioxide -silicon dioxide/Chitosan	Dip-spin-coating	Antifungal	Biomedical and industrial
Cotton	<i>Tragacanthin</i> gum/nanosilver hydrogel	Pad-Dry-Cure	Antibacterial and water absorption	Biomedical and industrial
Cotton	Polyaniline derivatives/nanosilver	Immersion	Antibacterial, electrical conductivity and colorimetric sensory effects	Biomedical, Geo-textile, Antistatic
Cotton	Silver nanoparticles	Immersion	Dielectric, wave-absorbing, shielding and conductive properties	Biomedical and industrial
Cotton	Silver nanoparticles	Pad-Dry-Cure	Antibacterial	Biomedical
Cotton	Zinc oxide and silicon dioxide nanocomposite	Layer-by-layer	Hydrophobic, UV-protection, and breathability	Industrial
Cotton	Polyvinylsilsesquixane and titanium	Pad-Dry-Cure	UV-blocking and hydrophobicity	Industrial
Wool	Silica, titania, and silver nanoparticles	Electrostatic self-assembly	Antibacterial, hydrophilicity and self-cleaning	Biomedical and industrial
Wool	Selenium nanoparticles	Immersion	Dyeing, antibacterial and UV-blocking properties	Biomedical and industrial
Wool, Cotton	Zinc oxide, titanium dioxide, and copper oxide nanoparticles	Pad-Dry-Cure	Antibacterial, antifungal, UV-blocking, and self-cleaning	Biomedical and industrial
Cotton, Entretela, and Polylactic acid-PLA	Titanium oxide nanoparticles		Degradation of crude oil and Rhodamine B	Environmental and industrial
Wool	Zinc nanoparticles and silver nanoparticles	Pad-Dry-Cure	Antibacterial, antifungal, antistatic, and self-cleaning	Biomedical and industrial
Wool	Silver nanoparticles	Immersion	Dyeability, antibacterial, hydrophobicity, antistatic and improved UV absorption	Biomedical and industrial
Wool	Bio-nano-mordant	Sonochemical method	Dyeability and antibacterial	Biomedical and industrial
Silk	Nano-silica	Immersion	Hydrophobicity, UV resistance, wrinkle resistance, and self-cleaning	Industrial
Polyester	Tin-sulfide nanomaterials, Tin-sulfide/Titanium dioxide nanocomposites	Layer-by-Layer	Photocatalytic, solar light activated self-decontaminating textile, and chemical warfare agents protection	Optics
Nylon	Titanium dioxide and zinc oxide nanoparticles	Layer-by-Layer	Antibacterial, UV- protection and stain-proof	Biomedical and industrial

Polyester	Nano composites (Propyltriethoxysilane, betadex sulfobutyl ether sodium, and butanedioic acid)	Layer-by-Layer	Anti-droplet and flame retardancy	Industrial
Polymer	Poly (lactic acid) Nanofiber	Emulsion Electrospinning	Antibacterial	Biomedical and industrial
Polymer	Polycaprolactone/Zinc oxide nanoparticles nanofibers	Electrospinning	Photocatalytic and corrosion resistance	Environmental and industrial
Polymer	Nanofibre composites	Electrospinning	Sensor	Industrial
Polymer	Poly (lactic acid) nanofibres	Electrospinning	Hydrophobicity, breathability, antibacterial, and antiviral	Biomedical and industrial
Silk	Lanthanide nanocrystal (Ytterbium, Gadolinium, and Erbium doped Sodium Yttrium Fluoride- NaYF <sub>4</sub> : Yb, Gd, Er)	Electrospinning	Imaging	Imaging and tissue engineering
Silk	Gold nanoparticles	Electrospinning	Wound dressing and healing	Biomedical, tissue engineering
Silk	Cobalt ferrite/Iron (III) oxide nanoparticles	Electrospinning	Scaffolds	Tissue Engineering
Silk	Gold nanoparticles	Layer-by-Layer	Ammonia	Environmental and industrial

*Tabla 1* Diferentes tipos de nanotextiles y métodos de funcionalización [54].

La funcionalización de textiles con nanomateriales para conferir propiedades fungicidas representa un área de investigación prometedora en la industria textil. Los nanomateriales, como nanopartículas metálicas y nanocompuestos, han demostrado ser efectivos en la inhibición del crecimiento de hongos y la prevención de la formación de moho en tejidos (Tabla 2).

Type of textile	Nanomaterial for functionalization	Properties of nanotextiles	Target fungi
Cotton and silk	AgNPs produced using wastewater of fermented seed of <i>Parkia biglobosa</i>	Antifungal and antibacterial	<i>Aspergillus niger</i>
Cotton	TiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub> by chemical synthesis	Antifungal	<i>Candida albicans</i> and <i>Aspergillus niger</i>
Wool	SeNPs	Dyeing, antibacterial and UV-blocking properties	<i>Candida utilis</i>
Cotton, poly-cotton, fiber and silk	AgNPs produced using leaf extract of <i>Ageratum conyzoides</i>	Hydrophobicity and antifungal	<i>Aspergillus</i> sp
Cotton-polyester	Bimetallic Ag/CuNPs by chemical synthesis	Antifungal and antibacterial	<i>Candida albicans</i>
Cotton-polyester	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> nanoparticles via ultrasound	Magnetic, photocatalytic, sonocatalytic, antifungal, antibacterial and enhanced strength	<i>Candida albicans</i>
Cotton	ZnO NPs by chemical synthesis	Antifungal and antibacterial	<i>Aspergillus niger</i>
Cotton	ZnO NPs by <i>in situ</i> synthesis	Antibacterial, antifungal and antiviral	<i>Candida albicans</i> , <i>Aspergillus niger</i> , and <i>Aspergillus fumigatus</i>
Cotton	CuO NPs by chemical synthesis	Antifungal and antibacterial	<i>Candida albicans</i>
Electrospun cellulose fibre	ZnO NPs by chemical synthesis	Antifungal and water repellancy	<i>Phaeomonilla chlamyospora</i>
Cotton and silk	Ag/TiO <sub>2</sub> NPs by wastewater of <i>Parkia biglobosa</i>	Antifungal and antibacterial	<i>Aspergillus niger</i>
Cotton and polyester	AgNPs synthesized by <i>Bionectria ochroleuca</i>	Antifungal and antibacterial	<i>Candida albicans</i> , <i>Candida glabrata</i> , and <i>Candida parapsilosis</i>
Polyester and wool-polyester	AgNPs biosynthesized by <i>Bacillus subtilis</i>	Antifungal, antibacterial and UV-protection	<i>Candida albicans</i>
Cotton	AgNPs synthesized by whey protein isolate	Antibacterial and antifungal	<i>Aspergillus niger</i>
Cotton	AgNPs by chemical synthesis	Antibacterial and antifungal	<i>Candida albicans</i>
Polypropylene nonwoven fabric	AgNPs synthesized by <i>Ocimum sanctum</i>	Antifungal and impedance	No fungal attack of the textile electrode
Cotton and silk	Graphene, Ag and Cu NPs	Antibacterial and antifungal	<i>Candida albicans</i>

Cotton and polyester	AgNPs synthesized by <i>Aspergillus tubingensis</i>	Antibacterial, antibiofilm and antifungal	<i>Candida albicans</i> , <i>Candida glabrata</i> , and <i>Candida parapsilosis</i>
Polyester	CuNPs by sonosynthesis	Antibacterial, antifungal, reduced wettability and improved tensile strength	<i>Candida albicans</i>
Cotton	Ag-ZnONPs synthesized by the extract of <i>Azadirachta indica</i>	Antibacterial and antifungal	<i>Candida albicans</i>
Cotton	AgNPs synthesized by extract of <i>Beta vulgaris</i>	Antibacterial and antifungal	<i>Candida albicans</i>
Cotton	TiO <sub>2</sub> NPs	Antifungal, crease recovery, dyeing and UV-protection	<i>Candida albicans</i>
Wool	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> nanoparticles synthesized by co-precipitation	Antifungal and magnetic	<i>Candida albicans</i>
Cotton	ZnO NPs synthesized by co-precipitation	Antifungal, UV/NIR radiation shielding, and coolness	<i>Aspergillus flavus</i> and <i>Aspergillus niger</i>
Linen, tents and lenoh	AgNPs synthesized by <i>Pleurotus ostreatus</i>	Antibacterial and antifungal	<i>Aspergillus niger</i>

*Tabla 2 Propiedades fungicidas de los nanotextiles [54].*

Las propiedades fungicidas de los textiles tratados con nanomateriales se deben a varias características de estos materiales a nano escala. Por ejemplo, las nanopartículas metálicas, como la plata, zinc y titanio, tienen una alta eficacia antimicrobiana debido a su capacidad para liberar iones metálicos que interfieren con los procesos vitales de los hongos. Los nanotubos de carbono y las nanofibras de polímero, por otro lado, pueden dañar las membranas celulares de los hongos mediante mecanismos de perforación o ruptura, lo que inhibe su crecimiento [55].

De acuerdo con la literatura consultada, se observa que materiales metálicos y óxidos metálicos, han sido los más estudiados para este tipo de aplicaciones, (Tabla 3), brindando propiedades como inhibición al mal olor, resistencia a manchas y mayor durabilidad del textil debido a la protección contra la degradación microbiana, estas características hacen que los nanotextiles sean especialmente útiles en aplicaciones donde la higiene y la protección antimicrobiana son fundamentales, como ropa deportiva, uniformes médicos, ropa interior y textiles para el hogar [56].

Type of textile	Nanomaterials for functionalization	Properties of nanotextiles	Bacteria
Cotton and silk	AgNPs	Antibacterial and antifungal	<i>Staphylococcus aureus</i> , <i>Escherichia coli</i> , <i>Klebsiella pneumoniae</i> , <i>Klebsiella oxytoca</i> , <i>Pseudomonas aeruginosa</i> , and <i>Proteus mirabilis</i>
Cotton	ZnO NPs	Antibacterial, UV-protection, tensile strength and crease resistance	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton	AgNPs	Antibacterial	<i>Staphylococcus aureus</i> , <i>Escherichia coli</i> , <i>Bacillus subtilis</i> and <i>Pseudomonas aeruginosa</i>
Wool	Silica, titania, and AgNPs	Antibacterial, hydrophilicity and self-cleaning	<i>Escherichia coli</i>
Wool	SeNPs	Dyeing, antibacterial and UV-blocking properties	<i>Staphylococcus aureus</i> , <i>Escherichia coli</i> , and <i>Bacillus cereus</i>
Wool, Cotton	ZnO, TiO <sub>2</sub> , and CuONPs	Antibacterial, antifungal, UV-blocking, and self-cleaning	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Silk	PtNPs	Antibacterial, catalysis and dyeability	<i>Escherichia coli</i>
Cotton-polyester	Bimetallic Ag/CuNPs	Antifungal and antibacterial	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton-polyester	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> nanoparticles	Magnetic, photocatalytic, sonocatalytic, antifungal, antibacterial and enhanced strength	<i>Staphylococcus aureus</i>
Cotton	ZnO NPs	Antifungal and antibacterial	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton	CuO NPs	Antifungal and antibacterial	<i>Staphylococcus aureus</i> , <i>Escherichia coli</i> , <i>Pseudomonas fluorescens</i> and <i>Bacillus subtilis</i> .
Cotton and silk	Ag/TiO <sub>2</sub> NPs	Antifungal and antibacterial	<i>Staphylococcus aureus</i> , <i>Escherichia coli</i> , <i>Klebsiella pneumoniae</i> , <i>Klebsiella oxytoca</i> , <i>Pseudomonas aeruginosa</i> , and <i>Proteus mirabilis</i>
Cotton and polyester	AgNPs	Antifungal and antibacterial	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Polyester and wool-polyester	AgNPs	Antifungal, antibacterial and UV-protection	<i>Escherichia coli</i> , <i>Staphylococcus aureus</i> , <i>Pseudomonas aeruginosa</i> , <i>Bacillus cereus</i> , and <i>Salmonella typhi</i>
Cotton	AgNPs	Antibacterial and antifungal	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton	AgNPs	Antibacterial and antifungal	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton and silk	Graphene, Ag and Cu NPs	Antibacterial and antifungal	<i>Escherichia coli</i> , <i>Staphylococcus aureus</i> , and <i>Pseudomonas aeruginosa</i>
Cotton and polyester	AgNPs	Antibacterial, antibiofilm and antifungal	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton	Ag-ZnONPs	Antibacterial and antifungal	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton and polypropylene spunbonded/melt blown/spunbonded	AgNPs	Antibacterial	<i>Escherichia coli</i> , <i>Staphylococcus aureus</i> , and <i>Pseudomonas aeruginosa</i>
Cotton	Zn-doped CuO NPs	Antibacterial	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton	AgNPs	Antibacterial	<i>Escherichia coli</i> , <i>Staphylococcus aureus</i> , and <i>Pseudomonas aeruginosa</i>
Cotton	TiO <sub>2</sub> NPs	Antibacterial and antifungal	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton	Bi <sub>2</sub> MoO <sub>6</sub> and Ag nanoparticles	Antibacterial	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton	Graphene oxide	Antibacterial	<i>Streptococcus iniae</i> and <i>Escherichia coli</i>
Cotton	ZnSnO <sub>3</sub> nanoparticle	Antibacterial, self-cleaning, flame resistance, and UV-protection	<i>Staphylococcus aureus</i> and <i>Escherichia coli</i>
Wool, polyester, wool-polyester	AgNPs	Antibacterial, antifungal, dyeing and UV-protection	<i>Bacillus cereus</i> , <i>Escherichia coli</i> , <i>Pseudomonas aeruginosa</i> , <i>Salmonella typhi</i> and <i>Staphylococcus aureus</i>
Cotton, viscose, polyester, and wool-polyester	AgNPs	Antibacterial and antifungal,	<i>Bacillus cereus</i> , <i>Escherichia coli</i> , <i>Pseudomonas aeruginosa</i> and <i>Staphylococcus aureus</i>

**Tabla 3** Propiedades antibacterianas de los nanotextiles [54].

La información específica sobre nanotextiles funcionalizados con nanopartículas de óxido de tungsteno es escasa, esto puede deberse a varios factores, incluida la novedad de la investigación en este campo, la complejidad de la síntesis y caracterización de estos materiales, así como los desafíos asociados con la escala de producción [57].

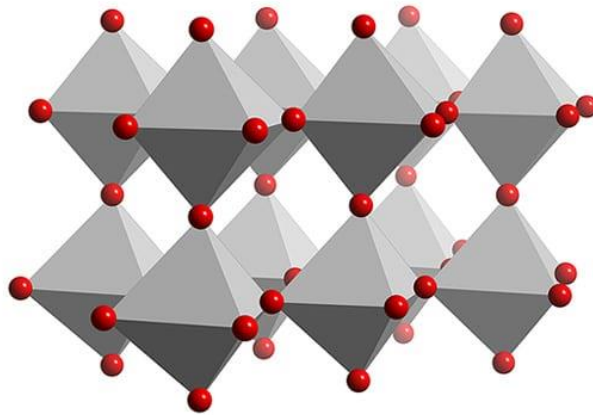
A pesar de la falta de información específica sobre los nanotextiles funcionalizados con WO<sub>x</sub>, es importante destacar el interés continuo en el desarrollo de materiales textiles avanzados y

funcionalizados. Se necesitan más investigaciones para comprender completamente el potencial de esta combinación y explotar su aplicación en áreas estratégicas como de la salud [58].

## 2.8 Propiedades del óxido de tungsteno

El óxido de tungsteno ( $WO_x$ ) presenta propiedades que lo hacen atractivo para distintas aplicaciones, es adecuado para ser producido en forma de películas delgadas o recubrimientos (en textiles). Sus propiedades semiconductoras lo hacen novedoso para ser utilizado como fotocatalizador, fotoánodos para la división fotoelectroquímica del agua, en el cuidado de la salud como material antimicrobiano para la degradación de contaminantes y la reducción de  $CO_2$  [59]. El óxido de tungsteno presenta fuerte dependencia a su conductividad eléctrica con el estado de oxidación, la cual puede variar y corresponder a un semiconductor de banda prohibida grande ( $WO_3$ ) y de un conductor ( $WO_2$ ), entre estas dos fases existen otras a las que se les conoce como sub-óxidos que se denotan como  $WO_x$  (donde  $x$  puede tomar valores entre 2 y 3).

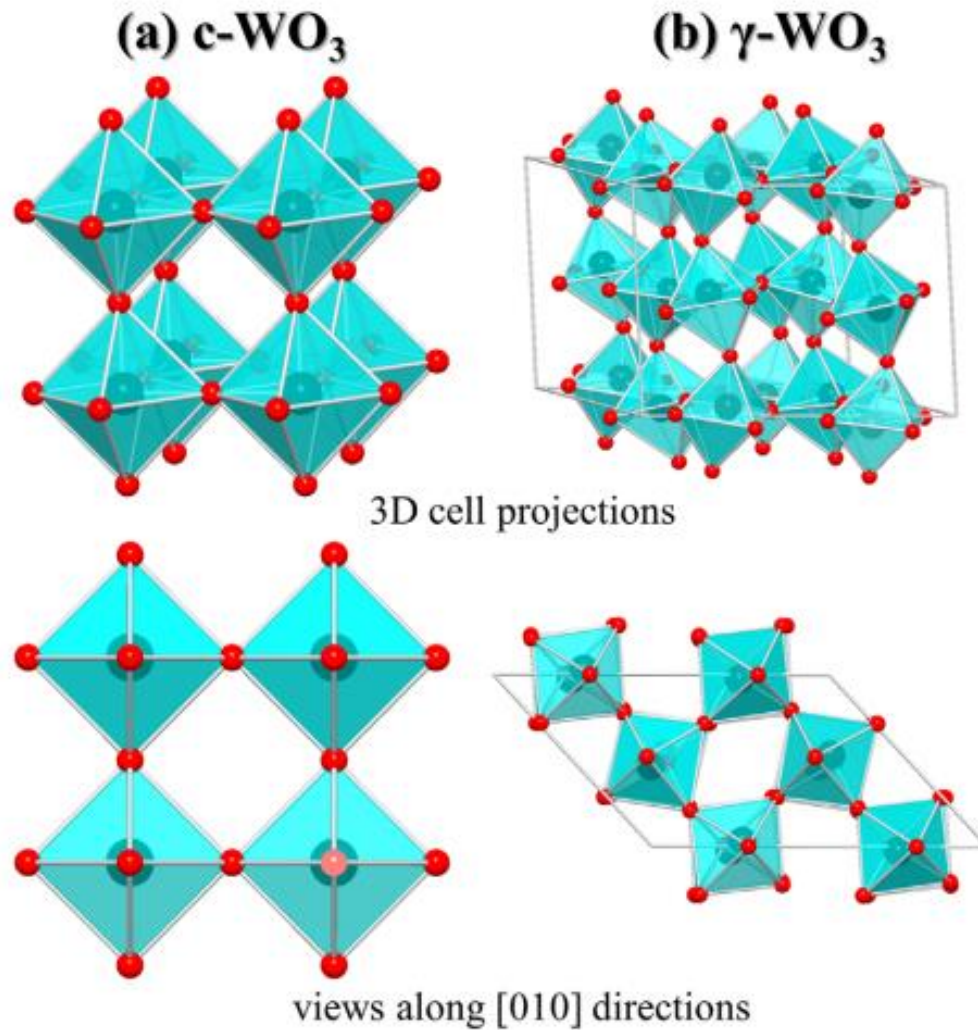
El óxido de tungsteno ( $WO_x$ ) puede presentar diferentes estructuras no estequiométricas (Fig. 7), lo que significa que su composición química puede variar ligeramente de la relación estequiométrica de tungsteno y oxígeno (1:3).



*Figura 7* Corresponde a estructura cristalina de  $WO_3$  [60].

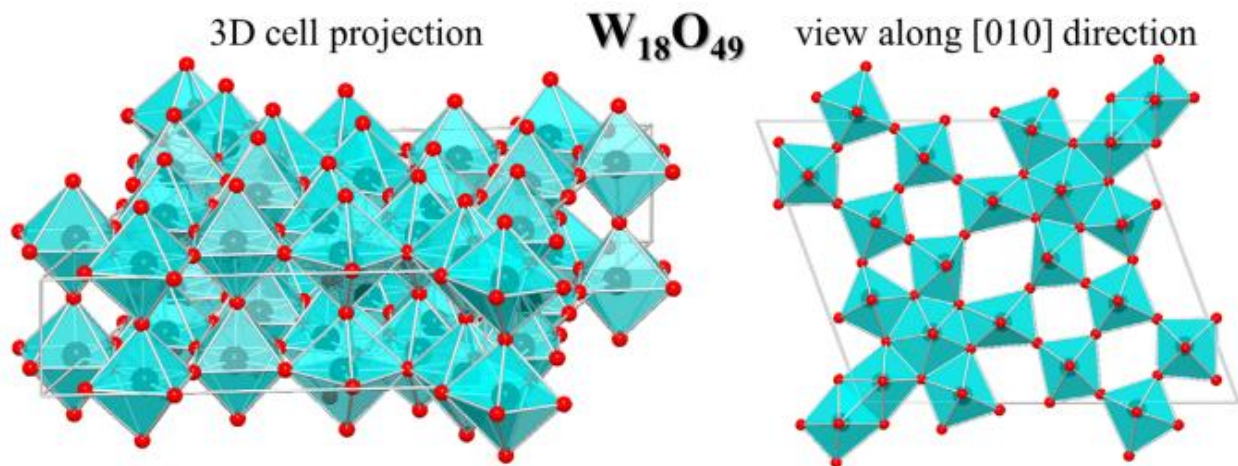
El trióxido de tungsteno estequiométrico muestra polimorfismo estructural, las esferas representan los átomos de oxígeno y las grandes esferas negras dentro de los poliedros representan los átomos de tungsteno (Fig. 8), las transiciones de fase se producen a diferentes temperaturas durante el

calentamiento o el enfriamiento. En este caso, el  $\text{WO}_3$  puede contener menos átomos de oxígeno de los necesarios para una relación estequiométrica. Las deficiencias de oxígeno pueden generar vacantes en la red cristalina, lo que afecta las propiedades electrónicas y ópticas del material.



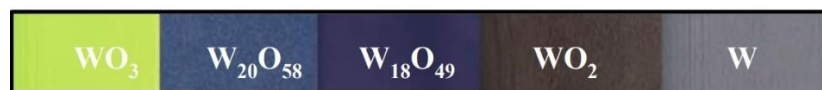
**Figura 8** Proyecciones de celdas 3D junto con las vistas a lo largo de la [010] dirección cristalográfica para la estructura cúbica ideal ( $c\text{-WO}_3$ ) y para la fase estable a temperatura ambiente (monoclínica,  $\gamma\text{-WO}_3$ ) [61].

En la [Figura 9](#) se muestra la estructura cristalina de  $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$  Fase Magneli en la proyección de la celda unitaria 3D y a lo largo de la dirección cristalográfica; las esferas pequeñas representan los átomos de oxígeno y las esferas grandes dentro de los poliedros representan los átomos de tungsteno.



**Figura 9** Ejemplo de la estructura cristalina de la fase  $W_{18}O_{49}$  en fase Magneli en la proyección celular 3D y a lo largo de la dirección cristalográfica [010],[61].

Los subóxidos de tungsteno son compuestos químicos que contienen tungsteno y oxígeno en proporciones variables. Estos subóxidos pueden exhibir una variedad de tonalidades características, que van desde el azul hasta el amarillo, dependiendo de su composición química y estructura cristalina (Fig. 10). Dos subóxidos de tungsteno comúnmente estudiados son el trióxido de tungsteno ( $WO_3$ ) y el pentóxido de tungsteno ( $WO_{2.5}$ ), los cuales presentan propiedades ópticas interesantes que les confieren colores distintivos [62].



**Figura 10** Tonalidades características de algunos subóxidos del tungsteno [63].

El trióxido de tungsteno ( $WO_3$ ) es conocido por su color amarillo a naranja. Esta tonalidad es el resultado de la absorción selectiva de ciertas longitudes de onda de luz visible por parte de la estructura cristalina del material.

Por otro lado, el pentóxido de tungsteno ( $WO_{2.5}$ ) exhibe una tonalidad azul característica. Esta coloración azul se debe a fenómenos de absorción y dispersión de luz dentro de su estructura cristalina, que puede ser altamente anisotrópica. Además, el  $WO_5$  puede presentar diferentes fases cristalinas, como la fase monoclinica y la fase ortorrómbica, cada una con propiedades ópticas distintivas [64].

Los subóxidos de tungsteno, como el trióxido de tungsteno ( $WO_3$ ) y el pentóxido de tungsteno ( $WO_{2.5}$ ), exhiben tonalidades características que van desde el amarillo al naranja y al azul,

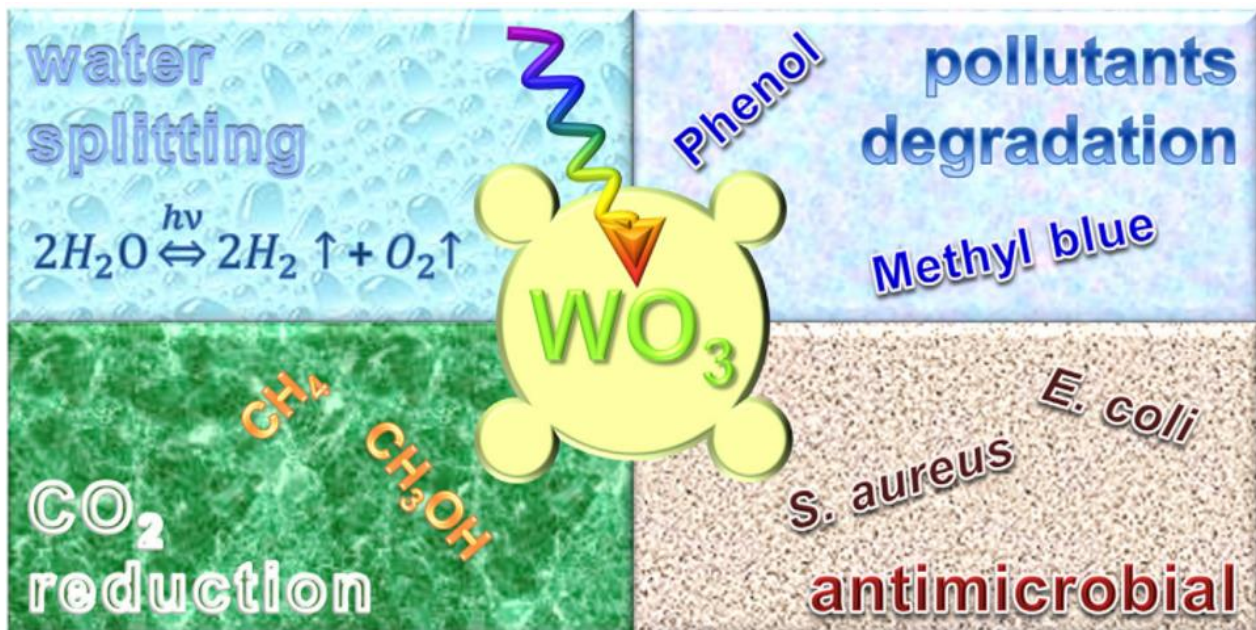
respectivamente. Estas tonalidades son el resultado de las propiedades ópticas inherentes a su estructura cristalina y composición química. La comprensión de estas propiedades es fundamental para su aplicación en una amplia gama de campos, desde la ciencia de materiales hasta la tecnología de dispositivos ópticos avanzados.

Exceso de oxígeno: También es posible que haya un exceso de átomos de oxígeno en la estructura del  $\text{WO}_3$ , lo que da lugar a una mayor cantidad de oxígeno en comparación con la relación estequiométrica. Esto puede influir en las propiedades catalíticas y de intercambio de carga del material.

Composiciones mixtas: Además de las deficiencias o excesos de oxígeno, el  $\text{WO}_3$  puede formar composiciones mixtas con otros elementos. Por ejemplo, se han estudiado compuestos como  $\text{WO}_{2.9}$  y  $\text{WO}_{2.72}$ , que muestran propiedades únicas y diferentes de las del  $\text{WO}_3$  estequiométrico, como las propiedades electrónicas, ópticas y catalíticas.

Estas estructuras no estequiométricas pueden ser obtenidas mediante técnicas de síntesis controladas y ajuste de parámetros experimentales, como la variación de la temperatura, la presión y la relación de precursores. Estas modificaciones en la composición química pueden tener un impacto significativo en las propiedades físicas, ópticas y catalíticas del óxido de tungsteno, y su comprensión y control son importantes para el desarrollo de aplicaciones específicas [60].

El óxido de tungsteno exhibe propiedades fotocatalíticas, lo que significa que puede activarse mediante la luz para catalizar reacciones químicas. Esto puede aprovecharse en aplicaciones como la degradación de contaminantes en el agua y la generación de energía fotovoltaica (Fig. 11).



**Figura 11** Presentación de diversas aplicaciones de  $\text{WO}_3$  basadas en su naturaleza semiconductor junto con las propiedades foto(electro)catalíticas bajo radiación de luz [60].

La fotocatalisis es un proceso químico mediante el cual se utiliza la energía de la luz, generalmente luz UV o visible (400 a 700 nm), para catalizar una reacción química. En este proceso, un material fotocatalizador absorbe la energía de la luz y la utiliza para iniciar o acelerar una reacción química, sin ser consumido en el proceso. Este fenómeno es utilizado en una variedad de aplicaciones, como la purificación del agua, la desinfección, la degradación de contaminantes orgánicos (Fig. 11) en el aire y el agua, y en la síntesis de compuestos químicos.

Un material comúnmente utilizado como fotocatalizadores es el  $\text{WO}_x$ . La fotocatalisis es un área de investigación activa en la ciencia de materiales y la química, con el objetivo de desarrollar materiales más eficientes y aplicaciones más amplias [65].

En la fotocatalisis, se aprovecha la luz para mejorar la eficiencia de las reacciones químicas, esto se logra utilizando un material fotocatalizador, que puede absorber la luz y generar pares de electrones y huecos que participan en reacciones redox. La aplicación de un potencial eléctrico externo durante este proceso puede mejorar aún más la velocidad y la eficiencia de las reacciones, ya que se pueden controlar las corrientes y los potenciales para optimizar las condiciones de reacción [66].

La fotocatalisis se ha investigado y aplicado en diversos campos, como la generación de energía, la conversión de energía solar, la degradación de contaminantes en agua y aire, y en la síntesis de compuestos químicos. Esta técnica ofrece la ventaja de combinar las fortalezas de la fotocatalisis y la electroquímica para lograr procesos más eficientes y selectivos [67].

El  $\text{WO}_x$ , ha mostrado propiedades biocidas prometedoras en diversos estudios científicos. Estas propiedades son de interés en aplicaciones como la desinfección de superficies, la purificación de agua y el desarrollo de materiales antimicrobianos. A continuación, se detallan algunas de las propiedades biocidas del  $\text{WO}_x$ :

1. Actividad antimicrobiana: Los estudios han demostrado que el  $\text{WO}_x$  exhibe actividad antimicrobiana contra una amplia variedad de microorganismos, incluyendo bacterias, hongos y virus. La capacidad de los óxidos de tungsteno para inhibir el crecimiento y la proliferación de microorganismos los convierte en agentes potenciales para la desinfección y esterilización de superficies y ambientes [68].
2. Mecanismos de acción: Se ha sugerido que la actividad antimicrobiana del  $\text{WO}_x$  puede atribuirse a varios mecanismos, incluyendo la generación de especies reactivas de oxígeno (ROS) como peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) y radicales hidroxilos ( $\bullet\text{OH}$ ), que son altamente tóxicos para los microorganismos. Además, los óxidos de tungsteno pueden interferir con procesos celulares vitales, como la respiración celular y la síntesis de ADN, lo que contribuye a su efecto biocida [69].
3. Estabilidad y durabilidad: Los óxidos de tungsteno son conocidos por su estabilidad química y resistencia a la corrosión, lo que los hace ideales para aplicaciones biocidas en entornos agresivos [60]. Además, la actividad biocida del  $\text{WO}_x$  se ha demostrado que es duradera, manteniendo su eficacia antimicrobiana incluso después de múltiples ciclos de uso y exposición a condiciones ambientales adversas.

4. Compatibilidad con materiales y aplicaciones: El  $\text{WO}_x$  es compatible con una amplia variedad de materiales y puede integrarse fácilmente en diferentes matrices, como recubrimientos, películas delgadas y materiales compuestos. Esto permite su aplicación en una amplia gama de dispositivos y superficies, incluyendo textiles [70].

El tungsteno y sus óxidos, como el  $\text{WO}_x$ , exhiben propiedades biocidas significativas que los convierten en candidatos prometedores para una variedad de aplicaciones en desinfección, esterilización y protección antimicrobiana. Su actividad antimicrobiana, estabilidad química, bajo riesgo de resistencia y compatibilidad con diferentes materiales los hacen especialmente atractivos para el desarrollo de soluciones antimicrobianas innovadoras y eficaces [71].

En la Figura 12 se muestra un mecanismo básico de fotocatalisis donde una vez que el material  $\text{WO}_x$  absorbe la energía de la luz visible, los fotones emitidos por la luz se absorben por los electrones en la banda de valencia, excitándolos y permitiéndoles saltar a la banda de conducción, creando así un par electrón-hueco. Este par electrón-hueco tiene un alto potencial redox y puede participar en reacciones de oxidación y reducción en la superficie del material [72].

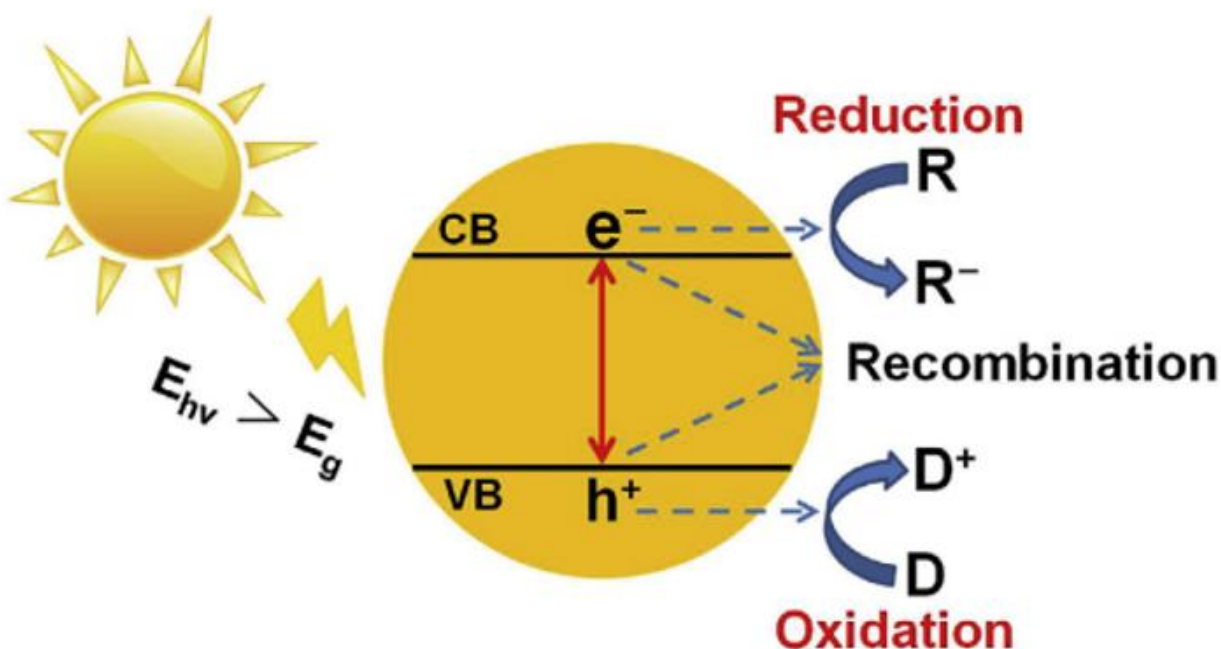
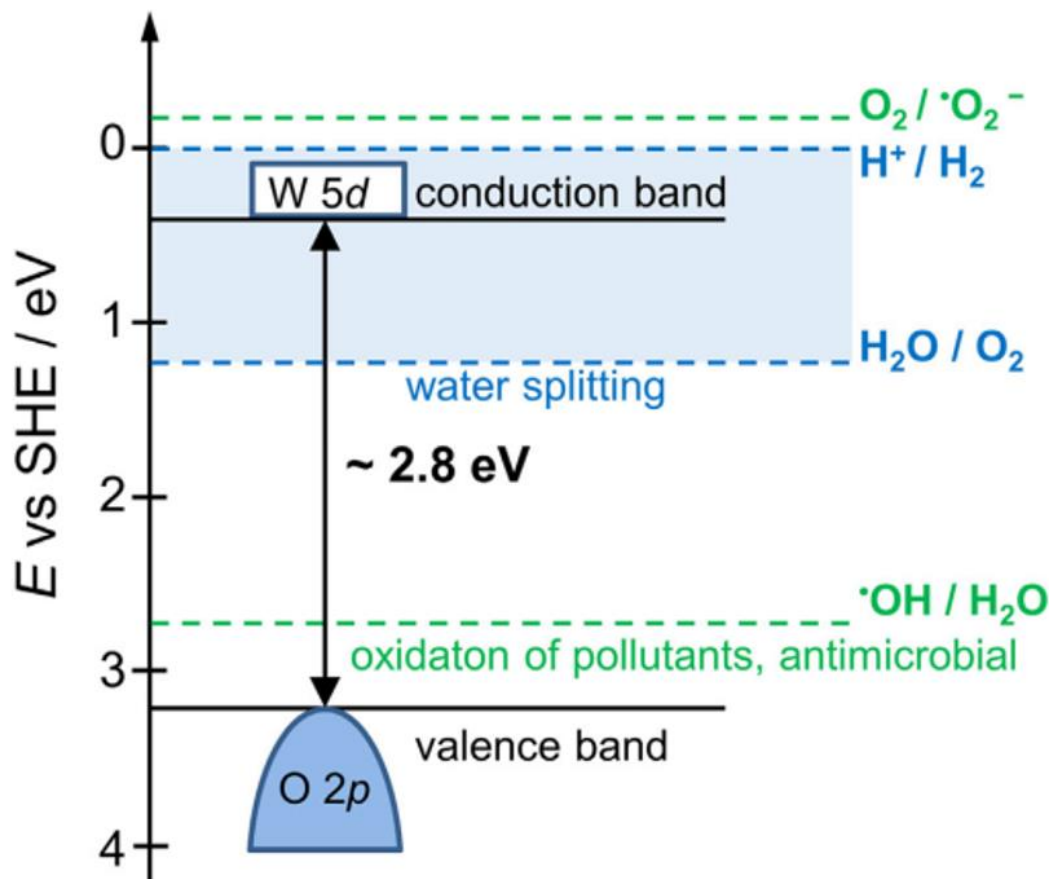


Figura 12 Mecanismo básico de fotocatalisis del  $\text{WO}_x$  [60].

También el óxido de tungsteno presenta una combinación de propiedades físicas, ópticas y químicas que lo hacen versátil y atractivo para una amplia gama de aplicaciones en campos como la electrónica, la energía, y proliferación y/o inhibición de microorganismos, como bacterias y virus.

En cuanto a sus propiedades físicas, el trióxido de tungsteno es un  $d^0$ -óxido de metal de transición y un semiconductor de tipo n de banda prohibida ancha. La concentración de electrones está determinada principalmente por los defectos intrínsecos, como las vacantes de oxígeno ( $VO^{2+}$ ) con una concentración en el intervalo de  $10^{13}$ – $10^{17}$   $cm^{-3}$ . La banda prohibida electrónica ( $E_g$ ) está representada por la diferencia entre los niveles de energía de las bandas de valencia y conducción. La banda de valencia está formada por orbitales O2p llenos, y la banda de conducción, por orbitales W5d vacíos como se muestra en la **Figura 13** los valores de banda prohibida electrónica para el  $\gamma$ - $WO_3$  es  $\approx 2.6$ – $2.8$  eV. Este valor cambia con el grado de distorsión de la estructura cúbica, con  $WO_3$  amorfo que muestra una banda prohibida más grande de  $\approx 3,2$  eV. Si el tamaño de  $WO_3$  se reduce al rango de nanómetros, los valores de banda prohibida son aún mayores debido a confinamiento cuántico [60].



**Figura 13** Los bordes de las bandas de valencia y conducción de  $WO_3$  frente al electrodo de hidrógeno estándar (SHE por sus siglas en inglés), junto con él y los potenciales de reacción de evolución del hidrógeno para la división del agua, y la potencial de oxidación de los radicales hidroxilo y el potencial de reducción de radicales superóxido relevantes para la oxidación de contaminantes orgánicos, así como para la inactivación de microbios [60].

El rango de valores de banda prohibida confiere al  $\text{WO}_3$  la capacidad de absorber el 12% de la radiación solar de UV hasta longitudes de onda de 400 nm [73].

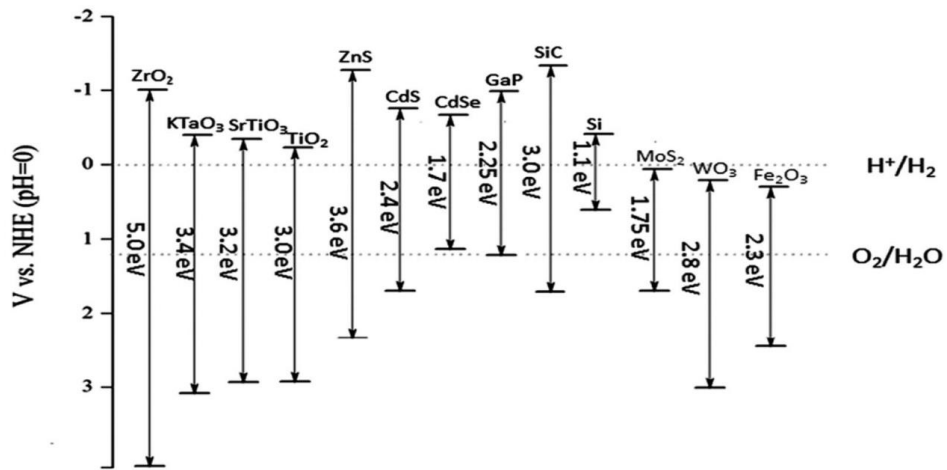
El borde de la banda de conducción (CB) se encuentra por debajo del umbral de evolución fotocatalítica del hidrógeno como se reporta al electrodo de hidrógeno estándar (SHE), por lo que  $\text{WO}_3$  no es adecuado para la generación de hidrógeno en un solo paso. Sin embargo, el potencial de la banda de valencia (VB) se encuentra en  $\approx 3,2$  eV frente a SHE, por lo tanto, el  $\text{WO}_3$  puede promover la evolución del oxígeno [60].

El óxido de tungsteno ( $\text{WO}_3$ ) es un semiconductor con una amplia variedad de aplicaciones en fotocatalisis debido a su adecuada banda prohibida para absorber la luz visible. Su energía de banda prohibida puede variar entre 2.5 eV y 2.8 eV, dependiendo de la fase cristalina del material. Este semiconductor ha sido objeto de numerosos estudios para mejorar su eficiencia fotocatalítica y su estabilidad bajo irradiación solar, se ha demostrado las propiedades fotocatalíticas de los compuestos de  $\text{WO}_3$  bajo luz visible [74].

El diagrama de bandas de energía para semiconductores [75], como el óxido de tungsteno ( $\text{WO}_3$ ), muestra las energías de sus bandas prohibidas. Estas band gaps determinan la energía necesaria para excitar electrones, lo que es esencial para comprender su capacidad para absorber luz y participar en procesos fotocatalíticos [76].

En el diagrama de la [Figura 14](#), cada semiconductor se representa con una línea vertical, indicando su banda prohibida y su posición vertical en el eje Y.

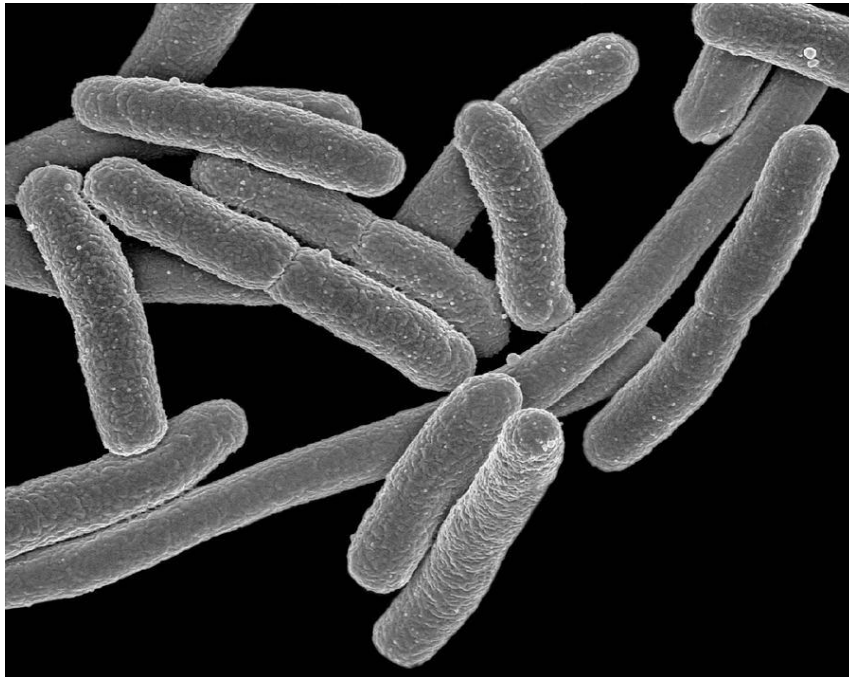
El óxido de tungsteno se presenta con su banda prohibida, que puede variar según la fase cristalina del material, ubicándolo en una posición óptima para absorber luz visible. Esto lo hace relevante para aplicaciones de fotocatalisis que involucran esta región del espectro electromagnético [77].



**Figura 14** Esquema que muestra las bandas prohibidas de varios fotocatalizadores semiconductores comunes frente a potenciales redox de un electrodo de hidrógeno normal [78].

## 2.9 *E. coli*

La bacteria *Escherichia coli* (Fig. 15), comúnmente conocida como *E. coli*, es un microorganismo que se encuentra de forma natural en los intestinos de los humanos y muchos animales de sangre caliente. En su mayoría, las cepas de *E. coli* son inofensivas y desempeñan funciones importantes en la digestión y en la producción de ciertas vitaminas. Sin embargo, algunas cepas de *E. coli* pueden ser patógenas y causar enfermedades en los seres humanos [79].



*Figura 15 Imagen SEM de Bacterias E. coli [80].*

Existen varias cepas patógenas de *E. coli*, siendo una de las más conocidas la *E. coli* enterohemorrágica (EHEC), que produce una toxina llamada toxina Shiga. Esta cepa puede causar enfermedades graves, como la colitis hemorrágica y el síndrome urémico hemolítico (SUH), que puede provocar daño renal e incluso ser fatal en casos severos [81].

La *E. coli* patógena se transmite principalmente a través de la ingestión de alimentos o agua contaminados, especialmente carne cruda o mal cocida, productos lácteos no pasteurizados y alimentos manipulados de manera inadecuada. También puede transmitirse de persona a persona si no se siguen medidas adecuadas de higiene, como el lavado de manos después de ir al baño o cambiar pañales [81].

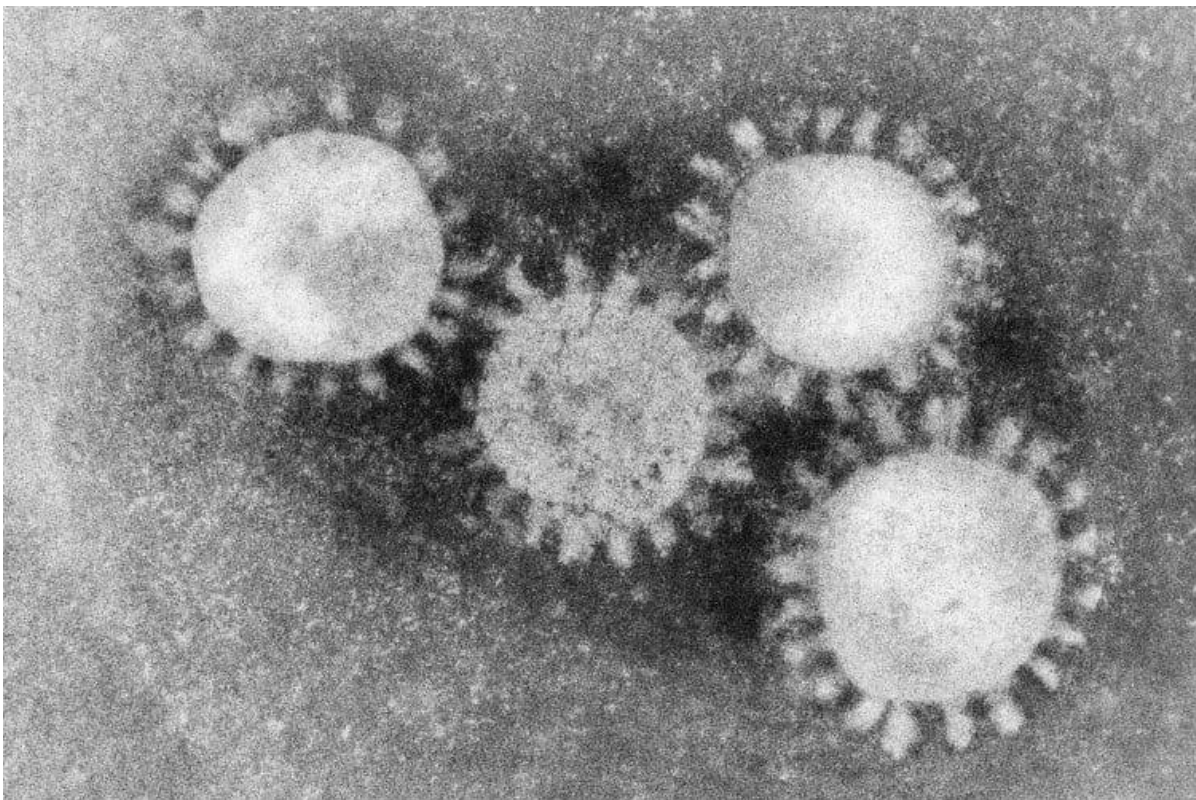
El tratamiento de las infecciones por *E. coli* varía según la gravedad de la enfermedad. En casos leves, puede requerirse simplemente hidratación adecuada y descanso. Sin embargo, en casos más graves, se pueden utilizar antibióticos específicos bajo la supervisión médica. Es importante

destacar que no se deben administrar antibióticos de forma indiscriminada, ya que pueden aumentar el riesgo de complicaciones en ciertas cepas de *E. coli* [82].

## 2.10 Coronavirus humano OC43

El coronavirus humano OC43 (HCoV-OC43) (Fig. 16), es una de las cepas de coronavirus que afecta a los seres humanos. Perteneció al género Betacoronavirus y es uno de los varios coronavirus que pueden causar enfermedades respiratorias en las personas.

El HCoV-OC43 se identificó por primera vez en la década de 1960 y se sabe que circula en todo el mundo [83].



*Figura 16 Coronavirus humano OC43 [84].*

El HCoV-OC43, al igual que otros coronavirus, se transmite principalmente a través de gotas respiratorias producidas cuando una persona infectada tose, estornuda o habla. También puede transmitirse por contacto directo con superficies contaminadas y luego tocarse la boca, nariz u ojos. La infección por HCoV-OC43 puede manifestarse como un resfriado común, con síntomas como

congestión nasal, dolor de garganta, tos y fiebre leve [85]. En algunos casos, especialmente en personas con sistemas inmunológicos debilitados o en grupos de edad más avanzada, la infección puede causar enfermedades respiratorias más graves, como neumonía.

El diagnóstico del HCoV-OC43 generalmente se realiza mediante pruebas moleculares, como la reacción en cadena de la polimerasa con transcriptasa inversa (RT-PCR), que detecta el material genético del virus en muestras respiratorias, con hisopos nasales o de garganta [86].

No existe un tratamiento específico para la infección por HCoV-OC43. El manejo de los síntomas se centra en aliviar el malestar y promover la recuperación, como descansar adecuadamente, mantenerse hidratado y tomar medicamentos de venta libre para reducir la fiebre y aliviar los síntomas [87].

La nanotecnología ha demostrado ser muy prometedor para detectar e inhibir una variedad de virus, incluidos los coronavirus. Varias nanopartículas, incluidas las nanopartículas de oro, las nanopartículas de plata, los puntos cuánticos, los puntos de carbono y las nanopartículas de óxido de grafeno, han demostrado previamente una notable actividad antiviral contra una amplia gama de virus.

La prevención de la infección por HCoV-OC43 y otros coronavirus se basa en medidas generales de higiene, como lavado de manos frecuente con agua y jabón, cubrirse la boca y la nariz al toser o estornudar con un pañuelo desechable o el codo flexionado, y evitar el contacto cercano con personas enfermas [88].

Es importante destacar que el HCoV-OC43 no es el mismo virus que el coronavirus responsable del brote de COVID-19 que comenzó en 2019. El HCoV-OC43 es uno de los coronavirus humanos conocidos desde hace décadas y no está relacionado con la pandemia de COVID-19 [87].

## 2.11 Técnica HFCVD

La técnica HFCVD (Hot Filament Chemical Vapor Deposition) es un método de depósito químico de vapor que se utiliza para obtener películas delgadas de materiales en sustratos. Es una variante de la técnica CVD convencional, pero se diferencia por el uso de un filamento caliente como fuente para activar los precursores químicos [4]. La síntesis de nanomateriales derivados de óxidos metálicos es fundamental para una amplia gama de aplicaciones, desde dispositivos electrónicos hasta aplicaciones biomédicas y ambientales. Entre las diversas técnicas utilizadas para obtener nanomateriales, la técnica HFCVD ha demostrado ser altamente efectiva y ventajosa en comparación con otras técnicas propuestas como lo son:

**Sputtering:** En esta técnica un plasma de gas de argón bombardea un objetivo de óxido metálico, liberando átomos que se depositan en un sustrato. Si bien el sputtering es efectivo para películas delgadas, puede ser limitado en términos de control de tamaño y distribución de nanopartículas [89].

**Precipitación Química:** Implica la reacción química entre soluciones precursoras y agentes precipitantes para formar nanopartículas de óxidos metálicos. Aunque es simple y económica, esta técnica puede producir partículas con una dispersión y tamaño variables [89].

**Sol-Gel:** Es un proceso de síntesis química que implica la formación de un sol seguido de la gelificación y secado para producir películas delgadas u otras estructuras. Aunque versátil, puede ser limitado en términos de uniformidad y preciso control de la estructura [89].

### **Ventajas de la Técnica HFCVD**

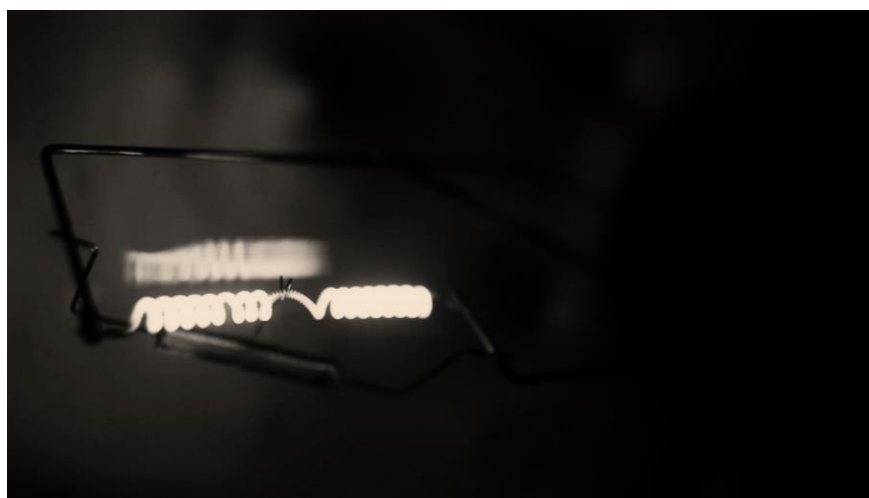
a) **Control Preciso y Reproducible:** La técnica HFCVD permite un control preciso y reproducible sobre las condiciones de síntesis, incluyendo la temperatura, presión y composición de gases. Esto asegura la uniformidad y calidad de los nanomateriales producidos [90].

b) **Deposición a Baja Temperatura:** A diferencia de otras técnicas que pueden requerir altas temperaturas, la HFCVD puede realizarse a temperaturas más bajas, lo que es beneficioso para la fabricación de dispositivos sensibles a la temperatura.

### **El proceso HFCVD implica los siguientes pasos:**

a) **Preparación del sustrato:** El sustrato sobre el cual se va a depositar la película delgada se limpia y se prepara adecuadamente para asegurar una adhesión óptima.

b) **Generación de plasma en un reactor HFCVD:** Un filamento caliente (Fig. 17), generalmente de tungsteno, se expone a un ambiente reactivo.



*Figura 17 Filamento de tungsteno [91].*

Los precursores químicos, que pueden ser gases o vapores, se introducen en el reactor cerca del filamento caliente. Estos precursores contienen los elementos químicos necesarios para la formación de la película. El filamento caliente activa los precursores, descomponiéndolos en especies reactivas, como átomos, iones o radicales. Estas especies reactivas reaccionan entre sí o con el sustrato para formar los enlaces químicos necesarios y depositar la película en el sustrato.

c) Crecimiento de la película: A medida que las especies reactivas reaccionan y se depositan sobre el sustrato, la película delgada comienza a crecer. El crecimiento puede ser controlado mediante la modulación de los parámetros del proceso, como la temperatura del filamento, la presión dentro del reactor y la concentración de los precursores químicos [4].

d) Finalización del proceso: Una vez que se ha alcanzado el espesor deseado de la película, se detiene la introducción de los precursores y se apaga el filamento caliente. El sustrato se enfría gradualmente a temperatura ambiente antes de ser retirado del reactor.

La técnica HFCVD tiene varias ventajas, como la capacidad de depositar una amplia gama de materiales, incluyendo carbono amorfo, diamante, nitruros, óxidos y otros compuestos. Además, es posible obtener películas de alta calidad con propiedades ajustables mediante el control de los parámetros del proceso en el reactor.

Esta técnica se utiliza en diversas aplicaciones, como la fabricación de dispositivos electrónicos, recubrimientos protectores, sensores, materiales biomédicos y muchas otras áreas donde se requiere el crecimiento de películas delgadas controladas. [92].

## **2.12 Caracterización físico-mecánicas textil**

Las caracterizaciones realizadas al sustrato textil de poliéster van desde la abrasión del material para determinar el nivel de desgaste (Martindale) y proporcionar información sobre su durabilidad y sobre todo saber el nivel de recubrimiento que podría mantener, la efectividad de que tiene el sustrato para inhibir el crecimiento de bacterias e inhibir los virus hasta la exposición a la radiación ultravioleta (Xenotest) [93].

Para evaluar las características físico-mecánicas de un material, se pueden realizar pruebas específicas que analicen los cambios que experimenta el material. Algunas de estas caracterizaciones físico-mecánicas más comunes en la industria textil son:

### **2.12.1 Ensayo Xenotest**

La radiación UV puede causar un cambio en el color de muchos materiales, especialmente plásticos y recubrimientos. La resistencia al amarillamiento se evalúa mediante pruebas que miden la diferencia en el color antes y después de la exposición UV, mediante el ensayo de exposición lumínica, también conocido como ensayo Xenotest, se trata de una técnica utilizada para evaluar

la resistencia de los materiales y productos a la degradación causada por la exposición a la luz solar o a la radiación ultravioleta (UV). Este ensayo se utiliza principalmente en la industria de los materiales y textiles automotrices para determinar la durabilidad y estabilidad de los productos ante la exposición a la luz [94].

El ensayo de exposición lumínica simula las condiciones de envejecimiento acelerado causadas por la radiación UV en muestras de materiales. El equipo utilizado para este ensayo consta de una cámara de exposición que contiene lámparas especiales capaces de emitir luz ultravioleta y simular la radiación solar. El tipo y la intensidad de las lámparas pueden variar dependiendo del estándar o normativa utilizada.

Durante el ensayo, las muestras / probetas de material se colocan en la cámara de exposición y se someten a ciclos (Fig. 18) de exposición a la luz de arco xenón filtrada en el equipo de ensayo. Lo anterior para determinar la fuerza de desgarro residual, el alargamiento de rotura residual, la resistencia a la abrasión residual y la divergencia de color. La duración total del ensayo depende del estándar utilizado y puede variar desde unas pocas horas hasta varios cientos de horas (Fig. 19), [95].

Dispositivo de ensayo	Sistema de filtrado	Parámetro
Xenotest Alpha <sup>a)</sup> Xenotest Beta <sup>a)</sup> , Xenotest Beta LM <sup>a)</sup> Xenotest Beta+ <sup>a)</sup> Xenotest 440 <sup>a)</sup>	Xenochrom 320 nm <sup>a)</sup>	
Weather-Ometer CI 4000 <sup>a)</sup> Weather-Ometer CI 4400 <sup>a)</sup> Weather-Ometer CI 5000 <sup>a)</sup>	Silicato de boro/ cal sodada	– Temperatura estándar en negro (100 ± 3) °C – Temperatura de la cámara de muestras (65 ± 3) °C – Humedad relativa del aire (20 ± 10) % – Intensidad de radiación medida entre 300 nm y 400 nm 60 W/m <sup>2</sup>
Q-SUN Xe-2 <sup>a)</sup>	Window-Q <sup>a)</sup>	
Xenon Weather Meter GX 75 <sup>a)</sup> Xenon Weather Meter SX 75 <sup>a)</sup> Xenon Weather Meter GX 90 <sup>a)</sup>	Q 320 <sup>a)</sup>	

<sup>a)</sup> Xenotest Alpha+, Xenotest Beta, Xenotest Beta LM, Xenotest Beta+, Xenotest 440, Weather-Ometer CI 4000, Weather-Ometer CI 4400, Weather-Ometer CI 5000 son las denominaciones del fabricante de los productos, fabricados por Atlas Material Testing Technology GmbH.  
Q-SUN Xe 2 y Window-Q son las denominaciones del fabricante de los productos, fabricados por Q-Lab Corporation.  
Xenon Weather Meter GX 75, SX 75 y GX 90 son las denominaciones del fabricante de los productos, fabricados por SUGA Test Instruments Co., Ltd.  
Xenochrom 320 nm es la denominación del fabricante del producto, fabricado por Atlas Material Testing Technology GmbH.  
Q 320 es la denominación del fabricante del producto, fabricado por SUGA Test Instruments Co., Ltd.  
Estos datos solamente tienen carácter informativo para el usuario de esta norma de fábrica y no significan ningún reconocimiento de los productos mencionados por parte del Grupo Volkswagen. Pueden utilizarse productos equivalentes si producen los mismos resultados demostrables.

Figura 18 Parámetros del ensayo Xenotest [96].

El objetivo del ensayo de exposición lumínica es evaluar el impacto de la luz solar o la radiación UV en las propiedades físicas y químicas del material. Algunos de los parámetros que se pueden evaluar incluyen cambios en el color, la apariencia, la resistencia mecánica, la degradación química, la pérdida de propiedades funcionales y la resistencia al agrietamiento o la formación de grietas.

Equipo	Dosis de radiación	Tiempo de radiación	Sistema de filtrado
Xenotest Alpha+ <sup>a)</sup>	14 MJ/m <sup>2</sup>	aprox. 64 h	Xenochrom 320 <sup>a)</sup>
Xenotest Beta <sup>a)</sup> Xenotest Beta LM <sup>a)</sup> Xenotest Beta+ <sup>a)</sup>			
Xenotest 440 <sup>a)</sup>			
Weather-Ometer CI 4000 <sup>a)</sup> Weather-Ometer CI 4400 <sup>a)</sup> Weather-Ometer CI 5000 <sup>a)</sup>			Silicato de boro/Soda lime
Q-SUN Xe-2 <sup>a)</sup>			Window-Q <sup>a)</sup>
Xenon Weather Meter GX 75 <sup>a)</sup> Xenon Weather Meter SX 75 <sup>a)</sup> Xenon Weather Meter GX 90 <sup>a)</sup>			Q 320 <sup>a)</sup>
<p><sup>a)</sup> Xenotest Alpha+, Xenotest Beta, Xenotest Beta LM, Xenotest Beta+, Xenotest CI 4000, Xenotest CI 4400, Xenotest 440 son las denominaciones del fabricante de los productos, fabricados por Atlas Material Testing Technology GmbH.</p> <p>Q-SUN Xe-2 y Window-Q son las denominaciones del fabricante de los productos, fabricados por Q-Lab Corporation.</p> <p>Xenon Weather Meter GX 75, SX 75 y GX 90 son las denominaciones del fabricante de los productos, fabricados por SUGA Test Instruments Co., Ltd.</p> <p>Xenochrom 320 nm es la denominación del fabricante del producto, fabricado por Atlas Material Testing Technology GmbH.</p> <p>Q 320 es la denominación del fabricante del producto, fabricado por SUGA Test Instruments Co., Ltd.</p> <p>Estos datos solamente tienen carácter informativo para el usuario de esta norma de fábrica y no significan ningún reconocimiento de los productos mencionados por parte del Grupo Volkswagen. Pueden utilizarse productos equivalentes si producen los mismos resultados demostrables.</p>			

*Figura 19 Periodos prueba Xenotest [96].*

Los resultados del ensayo se analizan comparando las propiedades de las muestras expuestas con las de muestras de referencia no expuestas. Se pueden utilizar métodos de análisis visuales, instrumentales o físicos para evaluar los cambios en las propiedades.

El ensayo de exposición lumínica, como el Xenotest, es una herramienta importante en la industria para predecir la vida útil y el rendimiento de los materiales expuestos a la luz solar o radiación UV [96]. Permite a los fabricantes mejorar la durabilidad de sus productos y seleccionar materiales adecuados para aplicaciones que requieren resistencia a la luz (Fig. 20).

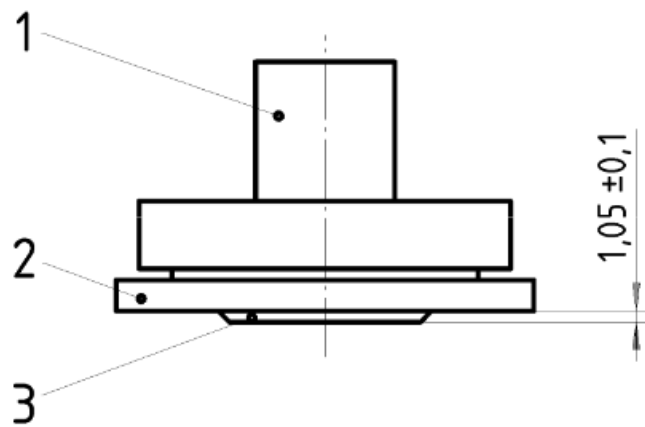


*Figura 20 Simulación de zonas (carga térmica) en forma de periodos de exposición UV [96].*

### 2.12.2 Ensayo abrasión Martindale

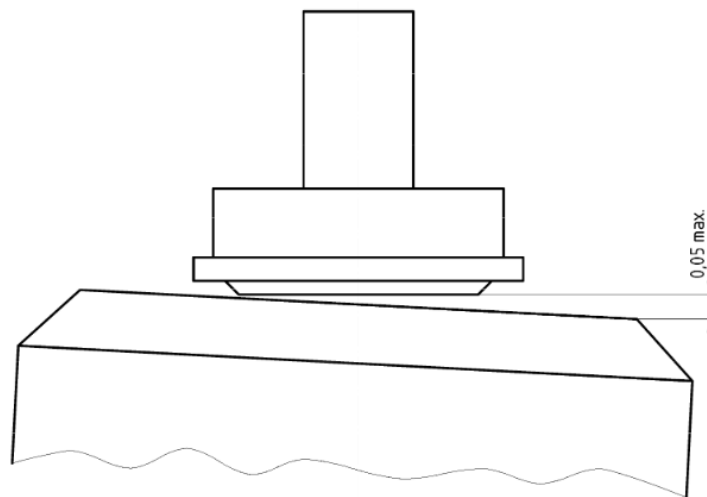
El ensayo de Martindale, también conocido como ensayo de abrasión o ensayo de resistencia a la abrasión [97], es una prueba estándar utilizada en la industria textil para evaluar la resistencia al desgaste y la durabilidad de los tejidos. El ensayo simula el desgaste que experimentan los tejidos en condiciones de uso real, como la fricción repetida contra superficies ásperas.

Durante el ensayo de Martindale, se utiliza un equipo llamado Martindale abrasion-tester. El dispositivo consiste en una plataforma circular en la que se coloca la muestra del tejido a evaluar (Fig. 21).



**Figura 21** Diagrama equipo Martindale: soporte de la muestra, 2 cabezal porta muestras, 3 probeta [97].

Sobre la muestra se coloca una almohadilla de fieltro o un material de referencia conocido como "abrasivo estándar" (Fig. 22). Este abrasivo se mueve en un patrón circular mientras ejerce presión sobre la muestra de tejido [97].



**Figura 22** Diagrama zona abrasión [97].

El ensayo se lleva a cabo mediante la rotación del plato y la aplicación de una carga constante en la muestra de tejido. Durante la rotación, el abrasivo estándar o la almohadilla de fieltro frotran continuamente contra el tejido, simulando el desgaste repetido. Se registran el número de ciclos de fricción o el tiempo de prueba específico.

La evaluación del desgaste se realiza mediante la inspección visual de la muestra después de cada cierto número de ciclos o al final del ensayo. Se observan cambios en la apariencia del tejido, como pérdida de color, formación de pelusas, roturas o cambios en la textura. Estos cambios se comparan con estándares o criterios de aceptación establecidos para determinar la resistencia a la abrasión del tejido.

El ensayo de Martindale es ampliamente utilizado en la industria textil para determinar la idoneidad de un tejido para aplicaciones que implican fricción y desgaste, como tapicería, cortinas, ropa de cama, ropa de trabajo, entre otros [97]. Proporciona información valiosa sobre la resistencia y durabilidad de los tejidos, ayudando a los fabricantes y diseñadores a seleccionar materiales adecuados para cada aplicación y garantizar la calidad de sus productos.

# CAPITULO III

## 3.1 Metodología

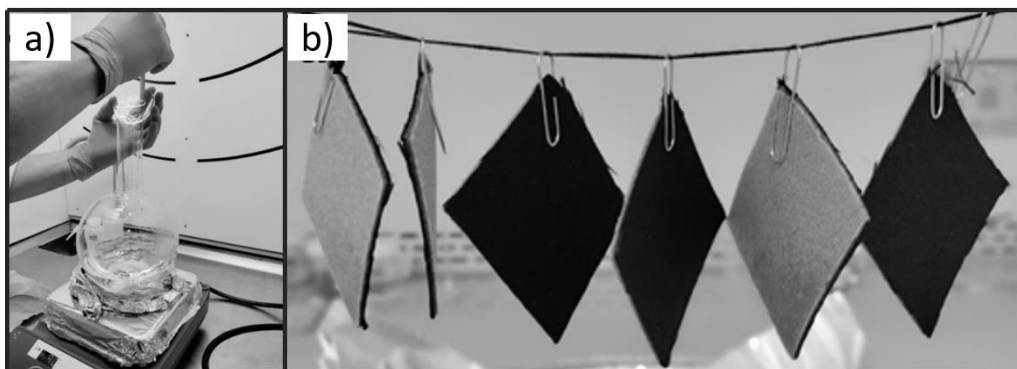
En este capítulo se describe la metodología seguida para el desarrollo de esta investigación, se muestra el esquema del sistema HFCVD adaptado para obtener recubrimientos sobre una tela de poliéster. Los componentes, las variables de síntesis, así como las condiciones de la corrida de experimentos. Por otro lado, se describen los fundamentos teóricos de las caracterizaciones empleadas.

## 3.2 Limpieza poliéster

Se debe garantizar que el sustrato textil esté libre de grasas, pelusa o polvo, para tal fin, se realizó un lavado, siguiendo el siguiente protocolo:

1. Detergente no-iónico (Tritón X-100) se disolvió en agua desionizada (1.5 g en 500 ml)
2. Se dejó en constante agitación a 90° C durante 60 minutos.
3. El secado se efectuó a temperatura ambiente en una campana de flujo laminar, durante 24 hrs.

Se observa en la [Fig. 23](#) el proceso de lavado y secado.



*Figura 23 Proceso de a) lavado y b) secado de los sustratos textiles.*

## 3.3 Limpieza filamento

En el caso de los filamentos de tungsteno utilizado para deposición del  $WO_x$  sobre los sustratos textiles, la limpieza se realizó en una tina ultrasónica siguiendo el siguiente protocolo.

1. Xileno (99.90 de pureza) “JT Baker” durante 10 minutos
2. Acetona (99.90 de pureza) “JT Baker” durante 10 minutos
3. Propanol “JT Baker” durante 10 minutos
4. Secado con nitrógeno

### 3.4 Depósito $WO_x$

El óxido de tungsteno fue sintetizado mediante la técnica HFCVD. El filamento de tungsteno utilizado se obtuvo de un foco de halógeno con un voltaje nominal de 12V y una potencia de 50 W. El arreglo del sistema se presenta en la siguiente imagen (ver Fig. 24) y como se aprecia se montó en una cámara de vacío. Las condiciones de deposición fueron las siguientes:

La temperatura del filamento se elevó mediante el efecto Joule, aplicando un voltaje alterno de 7V, la presión en la cámara de vacío fue de 300 mTorr, la cual se consiguió con una bomba mecánica, y la atmósfera oxidante fue el aire, es decir  $O_2$  y  $H_2O$ . La separación entre el filamento y el sustrato (tela de poliéster) fue de 2 cm. El sustrato es tela de poliéster y el área recubierta es un círculo de 1cm de radio. La temperatura del sustrato fue determinada por la radiación térmica del filamento y correspondió a  $\sim 50^\circ C$ .

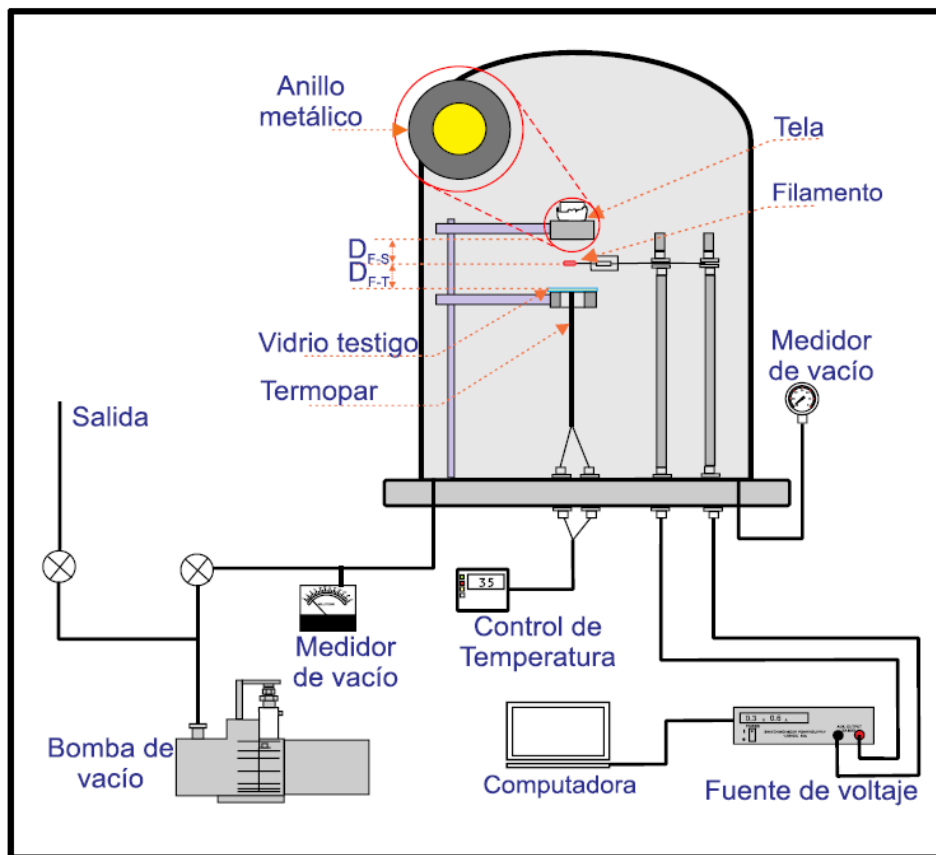


Figura 24 Diagrama reactor HFCVD [4].

A continuación, se describen los componentes del arreglo experimental del sistema HFCVD.

a) El reactor: El sistema (Fig.24) está compuesto de una campana metálica, la cual está provista de líneas para la entrada y salida de gases que permiten establecer una atmósfera específica según el material de interés por funcionalizar. El vacío dentro de la cámara se puede controlar desde condiciones atmosféricas hasta un valor aproximadamente de 500 militorrs [0.05 cm Hg].

b) La bomba de vacío: Con un motor marca Asea No. 111, modelo M87B-1390, C.P 1.5 y 1715 rpm. Es uno de los componentes principales del sistema HFCVD cuya función es la de extraer el aire que está dentro la cámara (crear vacío).

c) Medidor de vacío. marca Varian de 801 militorrs [0.0801 cm Hg].

d) La fuente de voltaje (Corriente Directa): El suministro de alimentación de energía del filamento se proporciona mediante una fuente de corriente directa, marca BK Precisión, modelo 1687B. El equipo cuenta con terminal de control remoto analógico en la parte posterior, o interfaz USB para la comunicación de la fuente de alimentación con una computadora a través de un software proporcionado por el fabricante. El software puede monitorear en tiempo real y a su vez, guardar los datos en una computadora para su posterior análisis.

e) El control de temperatura: Un control de PID (control proporcional, integral y derivativo), marca Omega, modelo: CN740. El PID es un mecanismo de control a través de un lazo de retroalimentación que permite regular la temperatura, a través del cálculo la diferencia entre su valor real contra el valor deseado.

f) El termopar: Tipo K, marca Omega, para medir la temperatura del testigo, la punta del termopar se colocó en la parte inferior del testigo.

g) Los porta muestras: El porta muestras (superior) para los sustratos de poliéster está conformado por dos piezas, un anillo metálico de acero inoxidable con una adaptación de 8" de diámetro, un tubo de cuarzo de 1.2 cm de diámetro, y 2 cm de altura. En conjunto el anillo metálico y el tubo de cuarzo forman un tipo de bastidor, que tensa y presiona la tela, con la finalidad de obtener una superficie libre de arrugas. Ambos porta muestras fueron sujetados por postes de aluminio mediante tornillos, con la libertad de ajustar la distancia de separación fuente-sustrato.

h) El filamento de tungsteno: Se obtiene de una lámpara de 60 watts (12 volts a 5 amperes marca Argos) al remover la cápsula que lo mantiene al vacío. Para el arreglo experimental, se coloca a la mitad de la distancia de separación entre la tela de poliéster y el testigo. El área operativa del depósito fue de 2 cm. Como es bien sabido, el filamento de tungsteno, que actúa como fuente, durante el depósito emite los vapores precursores del recubrimiento de forma homogénea en todas direcciones. Por lo tanto, cuando el testigo y la muestra se situaron a la misma distancia de separación, encima y por debajo del filamento, se asegura la reproducibilidad de la síntesis.

i) El sustrato (tela de poliéster): Se utilizó tela de poliéster 100%, bondeada con espuma de poliéster y soporte textil también de poliéster. La tela es un tejido plano del tipo tafetán quebrado en color

negro. Se cortaron cuadros de 15” y se colocaron en el porta muestras a presión, lo que aseguraba un área uniforme y efectiva de 8”.

j) Cálculo de la temperatura del filamento: Para la obtención de la estimación de la temperatura de los filamentos en función de su corriente, se realizaron las mediciones de la resistencia inicial del filamento. Esta es llamada resistencia inicial o  $R_0$ , con una temperatura ambiente estimada en 20 °C. posteriormente, con ayuda de un variac, y dos multímetros se procedió a medir el voltaje y la corriente del filamento con diferentes entradas de voltaje, con estos datos también se obtuvo la resistencia por medio de la ley de ohm  $R=VI$ .

En la literatura existe una relación temperatura resistencia la cual esta descrita de la siguiente forma:

$$\frac{R(T)}{\rho_0} = \frac{100\rho(t)}{[100\beta]\rho_0} \quad (1)$$

Donde  $\rho_0$  es la resistividad del tungsteno a temperatura ambiente, y  $\beta$  el coeficiente de temperatura de este. Utilizando el método de mínimos cuadrados, podemos elegir la ecuación de una parábola que atraviesa los puntos  $\frac{R(T)}{\rho_0}$  con un error de menor de 0.1% para altas temperaturas. En la formula se despeja T (temperatura) y al sustituir los valores obtenidos experimentalmente se obtiene la temperatura del filamento, la cual correspondió a 1200°C [98].

## 3.5 Técnicas de caracterización

### 3.5.1 Microscopía de Transmisión Electrónica (TEM)

La Microscopía Electrónica de Transmisión puede proporcionar información microestructural, estructural cristalina, así como información microquímica con una alta resolución espacial de cada una de las fases microscópicas individualmente. Por lo tanto, el TEM es una herramienta muy poderosa para la caracterización de materiales. Los estudios de TEM no solo ayudan a obtener una mejor comprensión de las correlaciones entre estructura y propiedades, sino también en el desarrollo de aleaciones para un rendimiento mejorado.

En 1924, De Broglie destacó el carácter ondulatorio de los rayos de electrones, lo que ha sido la base para la construcción del microscopio electrónico. El origen del TEM se remonta al desarrollo de bobinas solenoides magnéticas para enfocar los rayos catódicos en CRT de alto voltaje, principalmente para comprender el efecto de los picos de alta tensión, como los causados por los rayos, en el daño a las líneas de transmisión. Aunque Dennis Gabour de la Universidad Técnica de Berlín fue el primero en usar bobinas blindadas de hierro para enfocar los rayos catódicos en el innovador CRT construido en 1924–26 para su doctorado, no se dio cuenta de su efecto de lente magnética hasta que Hans Busch publicó un artículo en 1926 sobre el efecto de bobinas solenoides cortas en el enfoque de electrones. Por lo tanto, aunque Dennis Gabour fue el primero en demostrar

el efecto de enfoque de los electrones, Busch todavía se considera como el padre de la óptica electrónica [99].

Para observar la imagen de los electrones emitidos desde un cátodo frío en una pantalla fluorescente, Ruska y Knoll lograron aumentar la imagen en 17 veces utilizando una segunda bobina solenoide entre la primera lente y la placa final. Esto puede considerarse como el primer prototipo de TEM para demostrar el efecto de enfoque de los electrones transmitidos para formar imágenes ampliadas. En 1935, Knoll, mientras estudiaba tubos de cámara de televisión, logró formar una imagen topográfica de sustancias sólidas utilizando un haz de electrones escaneado con una resolución de aproximadamente 0.1 mm, estableciendo así el marco para desarrollar el microscopio electrónico de barrido [100].

La Microscopía de Transmisión Electrónica (TEM) ha evolucionado con el tiempo, incorporando diversas técnicas avanzadas que han ampliado sus capacidades de investigación. Algunas de estas técnicas incluyen:

1. TEM de Alta Resolución (HRTEM): Permite obtener imágenes con una resolución extraordinaria, lo que facilita la observación de detalles a escala atómica en muestras cristalinas.
2. Tomografía Electrónica de Transmisión (TEM Tomografía): Proporciona imágenes tridimensionales reconstruidas de una muestra, permitiendo visualizar su estructura en 3D.
3. TEM de Barrido (STEM): A diferencia del TEM convencional, el STEM examina la muestra mediante un haz de electrones enfocado, permitiendo obtener información topográfica y composicional simultáneamente.
4. Detección de Energía Dispersa de Rayos X (EDS): Utiliza detectores de rayos X para analizar la composición elemental de la muestra, lo que es especialmente útil en la caracterización de materiales.
5. Determinación de Simetría Cristalina: La CBED es especialmente útil para determinar la simetría cristalina de una muestra, lo que puede ser esencial para entender sus propiedades físicas y químicas.

Los TEMs pueden proporcionar la siguiente información:

1. Morfología: El tamaño, forma y disposición de las partículas que componen el espécimen como su relación entre sí en la escala de diámetros atómicos.
2. Información cristalográfica: La disposición de los átomos en la muestra y su grado de orden, detección de defectos a escala atómica en áreas de unos pocos nanómetros de diámetro.
3. Información de composición: Los elementos y compuestos que componen la muestra y sus proporciones relativas, en áreas de unos pocos nanómetros de diámetro.

El TEM utilizado en este estudio fue el modelo: JEOL JEM-ARM200CF (Fig.25), a continuación, enumero algunas de sus principales características:

1. Alta resolución: El JEOL JEM-ARM200CF ofrece una alta resolución, permitiendo la observación de detalles a escala atómica y subatómica en la estructura de las muestras.
2. Operación a baja tensión: Este TEM puede operar a tensiones bajas, lo que minimiza el daño de la muestra y permite la observación de muestras sensibles.
3. Sistema de corrección de aberraciones: El equipo está equipado con un sistema avanzado de corrección de aberraciones, que mejora significativamente la resolución y la calidad de la imagen.
4. Columna doble: La configuración de columna doble del JEOL JEM-ARM200CF permite la observación simultánea de imágenes de alta resolución y análisis espectroscópico.
5. Detector de electrones de alta sensibilidad: El TEM está equipado con un detector de electrones de alta sensibilidad que permite la detección y el análisis precisos de los electrones secundarios y retro dispersados, así como la generación de imágenes de alta calidad.
6. Modos de operación versátiles: El equipo ofrece una variedad de modos de operación, incluyendo modos de imagen de alta resolución, modos de análisis químico (EDS, EELS) y modos de imagen en tiempo real (STEM, HAADF).
7. Sistema de control y software avanzado: El JEOL JEM-ARM200CF está equipado con un sistema de control y software avanzado que permite al usuario controlar y ajustar diversos parámetros de la operación del TEM, así como procesar y analizar los datos obtenidos durante la observación.
8. El JEOL JEM-ARM200CF es un microscopio electrónico de transmisión de alta gama con características avanzadas que lo hacen adecuado para una amplia gama de aplicaciones en investigación científica, nanotecnología, ciencia de materiales y otras áreas de estudio. Ofrece una resolución excepcional, capacidad de corrección de aberraciones, versatilidad en modos de operación y capacidades de análisis avanzadas [101].



*Figura 25* Corresponde a un Microscopio electrónico de transmisión modelo JEOL JEM-ARM200CF.

### **3.5.2 Microscopía de Barrido Electrónico (SEM)**

La técnica del microscopio de barrido electrónico (SEM por sus siglas en inglés) es un tipo específico de microscopio electrónico que utiliza un haz de electrones para examinar la muestra en lugar de luz visible como en los microscopios ópticos tradicionales, el cual opera de acuerdo con las siguientes funciones:

**Generación del haz de electrones:** En un SEM, un cañón de electrones genera un haz de electrones de alta energía. Este cañón de electrones está ubicado en la parte superior del microscopio.

**Enfocando el haz de electrones:** El haz de electrones se enfoca y se dirige hacia la muestra utilizando una serie de lentes electromagnéticas. Estas lentes electromagnéticas permiten ajustar la intensidad y el enfoque del haz de electrones.

**Interacción con la muestra:** Cuando el haz de electrones golpea la muestra, interactúa con los átomos de la superficie. Esto puede causar la emisión de varios tipos de señales, como electrones secundarios, electrones retro dispersados, rayos X característicos, entre otros, dependiendo de la configuración del SEM y de la muestra misma.

**Detección de señales:** Las señales generadas por la interacción entre el haz de electrones y la muestra se recopilan y se utilizan para crear una imagen de alta resolución de la superficie de la muestra. Estas señales se recopilan mediante diferentes detectores según el tipo de información que se desea obtener sobre la muestra. Por ejemplo, los electrones secundarios se utilizan para obtener imágenes de la topografía superficial, mientras que los rayos X característicos pueden proporcionar información sobre la composición química de la muestra.

**Procesamiento de la imagen:** Las señales detectadas se amplifican y se procesan electrónicamente para crear una imagen en la pantalla del microscopio. Esta imagen puede visualizarse en una computadora para un análisis más detallado.

El SEM utiliza un haz de electrones para examinar la muestra y recopila diferentes tipos de señales generadas por la interacción entre el haz de electrones y la muestra para crear una imagen de alta resolución de la superficie. Este tipo de microscopio es ampliamente utilizado en diversas aplicaciones científicas, industriales y de investigación debido a su capacidad para proporcionar imágenes detalladas a escalas micro y nanométricas.

El SEM utilizado en este estudio fue el modelo: VEGA TS 5136SB TESCAN (Fig.26), el cual consta de:

1. Fuente de electrones: El SEM VEGA TS 5136SB utiliza un cañón de electrones para generar un haz de electrones de alta energía. Este haz se dirige hacia la muestra para realizar la observación.
2. Cámara de vacío: El equipo está contenido dentro de una cámara de vacío para evitar la dispersión de electrones y garantizar una resolución óptima de la imagen.
3. Muestra: La muestra a analizar se coloca en la cámara de vacío del SEM. Puede ser sólida, en forma de polvo, película delgada u otro tipo de material.
4. Goniómetro: El SEM está equipado con un goniómetro que permite rotar y mover la muestra en diferentes ángulos y direcciones. Esto permite obtener vistas tridimensionales de la muestra y estudiarla desde varios puntos de vista.
5. Lentes electromagnéticas: El equipo utiliza lentes electromagnéticas para enfocar el haz de electrones y producir imágenes de alta resolución de la muestra.
6. Detector de electrones secundarios (SE): El SEM VEGA TS 5136SB está equipado con un detector de electrones secundarios que detecta los electrones secundarios emitidos por la muestra cuando es bombardeada con el haz primario de electrones. Estos electrones secundarios se utilizan para formar imágenes de alta resolución de la superficie de la muestra.
7. Sistema de control y software: El equipo cuenta con un sistema de control y software especializado que permite al usuario controlar y ajustar diversos parámetros de la operación del SEM, así como procesar y analizar los datos obtenidos durante la observación.

El microscopio electrónico de barrido VEGA TS 5136SB de TESCAN es un equipo avanzado y versátil utilizado en una amplia gama de aplicaciones, incluyendo ciencia de materiales, nanotecnología, biología, geología y más. Proporciona imágenes de alta resolución de la superficie de las muestras y permite el análisis detallado de su estructura y composición a nivel microscópico [102].



*Figura 26* Corresponde a un Microscopio Electrónico de Barrido modelo VEGA TS 5136SB TESCAN.

### 3.5.3 Difracción de rayos X (XRD)

La XRD se utiliza ampliamente para estudiar la estructura cristalina de sólidos, defectos y tensiones. En XRD, un haz de rayos X, con una longitud de onda que oscila entre 0.07 y 0.2 nm, es difractado por el espécimen según la ley de Bragg:

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (2)$$

donde  $d$  es la distancia interplanar y  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X. La intensidad del haz difractado se mide en función del ángulo de difracción ( $2\theta$ ) y de la orientación. El patrón de difracción se puede utilizar para identificar las fases cristalinas y sus características estructurales [103].

Dado que XRD da un promedio de la información de todos estos volúmenes cristalinos, conduce a la ampliación de los picos de difracción, que aumenta con el incremento de seno  $\theta$ . El ensanchamiento del pico también puede deberse al tamaño fino de cristalita, que es independiente de seno  $\theta$ . La contribución del tamaño de cristalita y la deformación de la red contribuyen al ensanchamiento del pico de difracción.

En ausencia de deformaciones no homogéneas, el tamaño del cristalita,  $D$ , puede estimarse a partir de la ensanchamiento de picos usando la fórmula de Scherrer:

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta_B} \quad (3)$$

donde  $\lambda$  es la longitud de onda de rayos X,  $B$  es el ancho total a la mitad de la altura máxima (FWHM) del pico de difracción,  $\theta_B$  es el ángulo de difracción y  $k$  es la constante de Scherrer, que es del orden de unidad para un cristal esférico. Sin embargo, las nanopartículas a menudo forman estructuras homogéneas y, por lo tanto, la fórmula de Scherrer no siempre puede dar tamaños de partícula verdaderos. También es importante tener en cuenta que la difracción de rayos X proporciona solo un tamaño promedio de cristalita. El espesor de las películas epitaxiales y delgadas altamente texturizadas también se pueden determinar usando XRD [104].

El XRD utilizado en este estudio fue el modelo: X-ray diffractometer X'PERT PRO MRD of PANalytical (Fig.27), el cual consta de varias partes principales, que incluyen:

**Fuente de rayos X:** El difractómetro utiliza una fuente de rayos X para generar radiación X que se dirige hacia la muestra. Esta radiación se emite a una longitud de onda específica, generalmente de cobre (Cu  $K\alpha$ ) o de molibdeno (Mo  $K\alpha$ ), dependiendo de la configuración del equipo.

**Muestra:** La muestra a analizar se coloca en la posición de medición del difractómetro. Puede ser sólida, polvo, película delgada u otro tipo de material que se desea caracterizar.

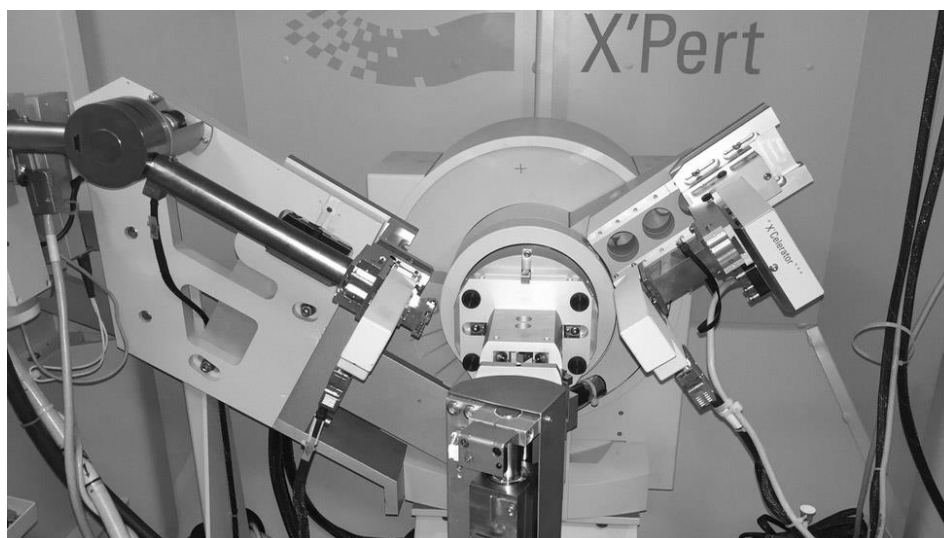
**Goniómetro:** El goniómetro es un componente esencial del difractómetro que permite la rotación y el ajuste preciso de la muestra en diferentes ángulos durante la medición. Esto permite obtener datos de difracción desde diferentes orientaciones cristalinas de la muestra.

**Detector:** Después de que los rayos X interactúan con la muestra, la radiación difractada se recoge mediante un detector. El detector registra la intensidad de la radiación difractada en función del ángulo de dispersión, lo que permite obtener un patrón de difracción característico de la muestra.

**Software de análisis:** El difractómetro X'PERT PRO MRD de PANalytical está equipado con software especializado que permite analizar y procesar los datos obtenidos durante la medición. Esto incluye la identificación de fases cristalinas, la determinación de parámetros de red, el análisis de tamaño de cristalito y otros cálculos relevantes.

El difractómetro de rayos X X'PERT PRO MRD de PANalytical es un equipo avanzado que se utiliza para llevar a cabo análisis detallados de difracción de rayos X en muestras sólidas. Proporciona información crucial sobre la estructura cristalina y composición de los materiales, lo

que es fundamental en una amplia gama de aplicaciones en investigación, desarrollo de materiales y control de calidad [105].

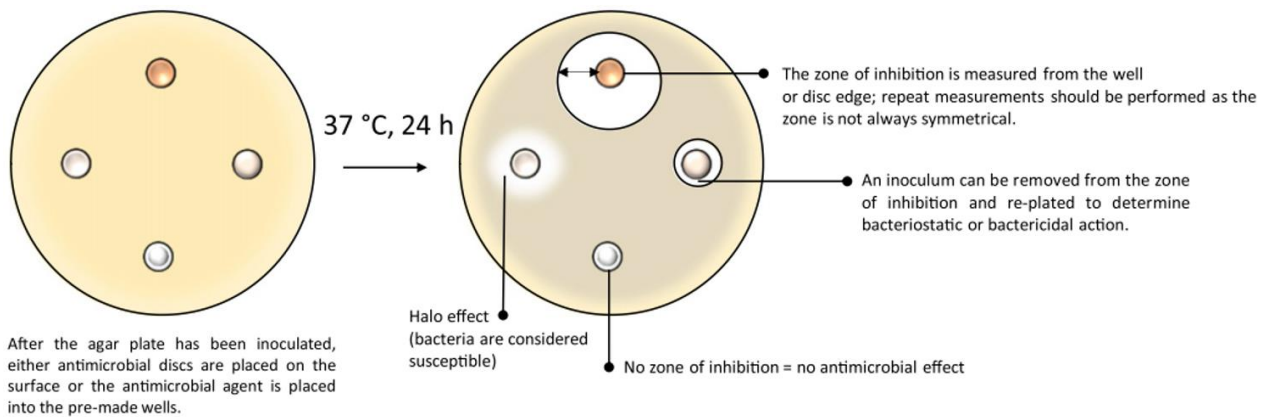


*Figura 27* Corresponde a un equipo: X-ray diffractometer X'PERT PRO MRD of PANalytical.

### **3.5.4 Método difusión antimicrobiana (Kirby-Bauer)**

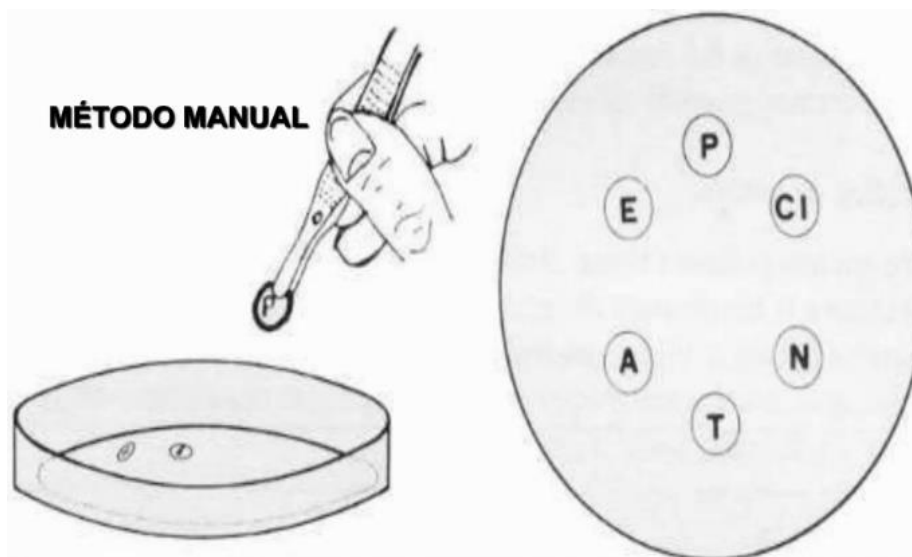
El método de difusión en disco de sensibilidad antimicrobiana, comúnmente conocido como el método de Kirby-Bauer, es una técnica ampliamente utilizada para evaluar la sensibilidad de las bacterias a los antimicrobianos. Desarrollado por John Kirby y Paul Bauer en 1966, este método proporciona información esencial para guiar el tratamiento antimicrobiano efectivo y luchar contra las infecciones bacterianas [106].

El ensayo se realizó inoculando una placa de agar con un inóculo estandarizado del microorganismo de prueba para crear un césped bacteriano [106]. El agente antimicrobiano puede introducirse de diversas maneras; por ejemplo, creando un pocillo en el agar para contener el reactivo, tratando un disco con el reactivo y luego colocándolo en el césped bacteriano, o colocando directamente el agente antibacteriano sobre la superficie del agar (Fig. 28).



*Figura 28 Representación esquemática del ensayo de difusión en disco de Kirby-Bauer [106].*

Después de la incubación en condiciones adecuadas para las bacterias de ensayo se evalúa la presencia de zonas de inhibición alrededor del área donde se colocó el agente antimicrobiano, o zonas en las que el crecimiento bacteriano se previno o se redujo significativamente como para ser invisible a simple vista. Los diámetros se miden y comparan las zonas concéntricas.



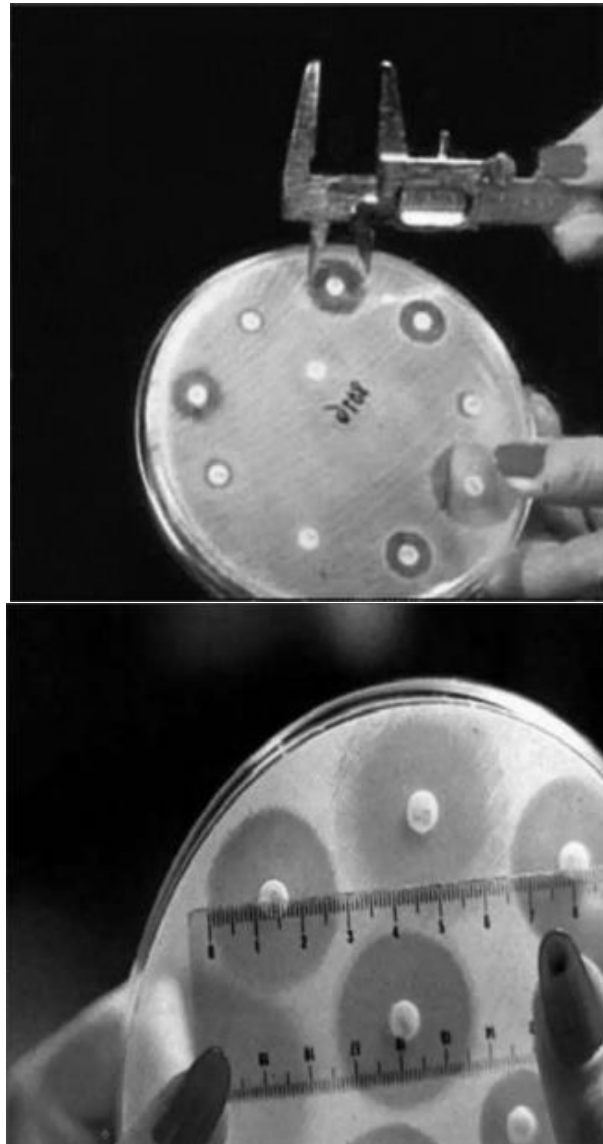
*Figura 29 Aplicación de sensidiscos de antibióticos [107].*

Un ensayo de difusión en agar cuidadosamente diseñado puede ser adecuado para una evaluación inicial de la actividad antibacteriana de una NP materiales en suspensión o basados en nanopartículas, y/o para evaluar los efectos antibacterianos dependientes de la concentración. Sin embargo, el éxito del ensayo se basa en la capacidad del agente antimicrobiano para difundirse a través del agar, lejos del punto de colocación inicial en el plato (Fig. 29). La difusión deficiente o limitada de los reactivos puede dar lugar a una evaluación poco fiable de la actividad antimicrobiana [107].

El procedimiento implica la difusión de discos impregnados con diferentes antimicrobianos sobre una placa de agar previamente sembrada con la bacteria en cuestión. Después de un período de incubación, se mide el diámetro de la zona de inhibición formada alrededor de cada disco (Fig. 30).

Este diámetro se compara con un estándar interpretativo establecido por organismos reguladores como el Clinical and Laboratory Standards Institute (CLSI) o el European Committee on Antimicrobial Susceptibility Testing (EUCAST). La interpretación guía la clasificación de la bacteria como sensible, intermedia o resistente al antimicrobiano en cuestión [108].

El método Kirby-Bauer presenta varias ventajas, como su relativa simplicidad, bajo costo y rapidez. Sin embargo, es importante considerar que este método no proporciona información sobre la concentración exacta de antimicrobiano requerida para inhibir el crecimiento bacteriano [106].



*Figura 30 Medición zonas de halos de inhibición (Cuanto mayor sea el tamaño del halo, más efectivo será el agente antimicrobiano en inhibir el crecimiento bacteriano) [107].*

El éxito del método de Kirby-Bauer radica en su estandarización cuidadosa para garantizar resultados precisos y confiables. Factores como la densidad bacteriana en la placa, la uniformidad de la difusión del disco y la selección adecuada de antimicrobianos son cruciales para una interpretación precisa.

El método de Kirby-Bauer es una técnica esencial en microbiología clínica, ya que ayuda a los profesionales de la salud a seleccionar tratamientos antimicrobianos adecuados y a abordar de manera efectiva las infecciones bacterianas [106].

Una vez que tenemos las condiciones necesarias para que los recubrimientos de óxido de tungsteno sobre telas de poliéster actúen como bactericida probamos su acción tomando la bacteria de prueba (*E. coli*) y se observó su decrecimiento, mediante la aparición de zonas de inhibición alrededor de pequeñas muestras circulares de la tela recubierta la cual es colocada en una caja Petri que contiene un gel con una densa población de *E. coli* [106].

El resultado de la zona inhibida para una muestra de tela de poliéster recubierta con óxido de tungsteno a una temperatura de 37 °C y un tiempo desde 48 horas es la aparición de un halo; lo cual es una prueba clara de su acción bactericida, dichos resultados se discutirán en el siguiente capítulo.

### **3.5.5 Método ISO 18184 Prueba de actividad antiviral (OC43) Coronavirus humano**

La norma ISO 18184 establece un método para evaluar la actividad antiviral de los textiles y productos textiles tratados contra los virus. El objetivo es medir la eficacia de los agentes antivirales incorporados en los textiles para reducir la transmisión de virus [109]. Esta norma se aplica a una amplia gama de productos textiles.

La metodología de prueba se centra en la evaluación de la actividad antiviral mediante el uso de un virus específico, en este caso un coronavirus humano (OC43) que representa un desafío significativo para la propuesta antiviral con WO<sub>x</sub> en cuestión.

El proceso de prueba generalmente implica la exposición de las muestras de textiles tratados con antiviral, seguido de la medición de la actividad viral. Los resultados se comparan con un control no tratado para evaluar la eficacia del agente antiviral en la reducción de la carga viral.

El virus OC43 pertenece a la familia de los coronavirus y es uno de los virus responsables del resfriado común en humanos. Es un virus ARN de cadena positiva, y su transmisión suele ocurrir a través de gotas respiratorias [110].

La infección por OC43 puede variar desde síntomas leves de resfriado hasta infecciones más graves en personas con sistemas inmunológicos debilitados. Dado que los coronavirus son capaces de mutar, es importante realizar investigaciones continuas para comprender su comportamiento y desarrollar métodos eficaces para mitigar su propagación [110].

#### **Integración de ISO 18184 con OC43: Desafíos y Consideraciones**

Integrar el virus OC43 en el método ISO 18184 [109], implicó adaptar los procedimientos de prueba para incorporar las características específicas de este virus. Se debió seleccionar una cepa representativa y evaluar bajo método ISO 18184 cómo responde a los agentes antivirales aplicados a los textiles en este caso funcionalizados con WO<sub>x</sub>.

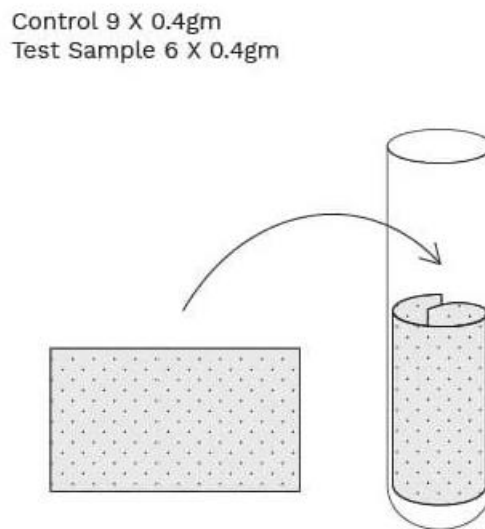
Es fundamental considerar la variabilidad del virus y su capacidad para mutar, lo que podría afectar la efectividad de los agentes antivirales a lo largo del tiempo. Además, se deben realizar pruebas exhaustivas para garantizar que los resultados sean confiables y aplicables en situaciones del mundo real.

La combinación del método ISO 18184 con el virus OC43 implica una adaptación cuidadosa de los protocolos de prueba para abordar las características específicas de este virus y garantizar la validez y aplicabilidad de los resultados [109].

A continuación, se describe el procedimiento utilizado.

#### Paso 1: Corte de probetas

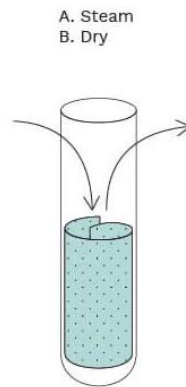
Seleccionar las muestras representativas de los textiles que se van a evaluar. Asegurarse de que las muestras sean lo suficientemente grandes y representativas (Fig. 31). para proporcionar resultados significativos. Identificar y registrar información relevante sobre las muestras, como el tipo de material y cualquier tratamiento antiviral aplicado.



**Figura 31** Preparación de la muestra textil previo al cultivo del virus OC43.

## Paso 2: Esterilización de las Muestras de poliéster

Antes de la prueba, las muestras deben someterse a un proceso de limpieza y pretratamiento (Fig. 32) para eliminar cualquier residuo o impureza superficial que pueda interferir con la acción antiviral del recubrimiento. Este paso garantiza que las muestras estén en condiciones óptimas para la evaluación de su actividad antiviral.



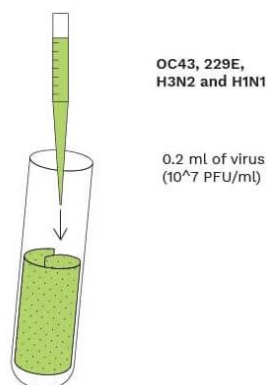
*Figura 32 Esterilización de la muestra textil funcionalizada con  $WO_x$ .*

## Paso 3: Preparación del Virus

Una vez seleccionado el virus específico se procede a preparar una suspensión viral adecuada para su uso en el ensayo. Esto generalmente implica cultivar el virus en células susceptibles en un entorno de laboratorio controlado y luego recolectar y purificar la suspensión viral para obtener una concentración adecuada.

Preparar una cantidad suficiente del virus para las pruebas, siguiendo las recomendaciones específicas para la cepa viral seleccionada.

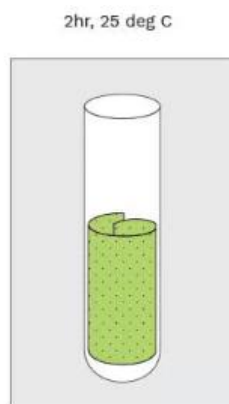
Una vez que se ha determinado la concentración viral, se procede a la inoculación (Fig. 33). de las muestras de acuerdo con el protocolo de ensayo establecido por la ISO 18184. Esto implica aplicar la suspensión viral a las muestras textiles de manera uniforme y controlada, asegurando una distribución homogénea del virus en toda la superficie de las muestras:



*Figura 33 Inoculación del virus OC43 sobre el textil.*

#### Paso 4: Incubación

Después de la inoculación, las muestras se incuban (Fig. 34) durante un período especificado de acuerdo con el protocolo de ensayo. Durante este tiempo, se monitorea cuidadosamente la actividad viral y se registran los resultados para su posterior análisis.



*Figura 34 Incubación del virus OC43 durante 2 horas a temperatura ambiente.*

#### Paso 5: Lavado y agitado

El lavado y agitado de acuerdo con la norma ISO 18184 es un proceso crítico en la evaluación de la actividad antiviral de textiles y materiales similares. Esta norma establece directrices específicas para llevar a cabo pruebas de actividad antiviral, y el lavado y agitado son pasos fundamentales en dichas pruebas para simular condiciones realistas de uso y lavado de los materiales. A continuación,

describiremos este proceso en detalle. El objetivo principal del lavado y agitado es evaluar la resistencia de los materiales al lavado y la fricción (Fig. 35), lo que puede afectar su capacidad para mantener propiedades antivirales a lo largo del tiempo.

Este proceso se lleva a cabo utilizando un equipo de lavado y agitado diseñado específicamente para replicar las condiciones de lavado doméstico o industrial.

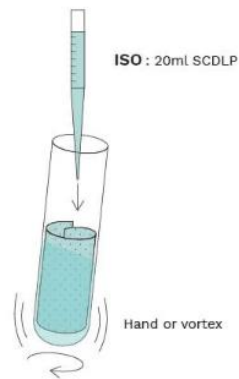
El primer paso en el proceso de lavado y agitado es preparar las muestras según las especificaciones de la norma ISO 18184. Esto puede implicar la inoculación de las muestras con una suspensión viral y la incubación para permitir que el virus se adhiera al material [109].

Una vez que las muestras están preparadas, se colocan en el equipo de lavado y agitado junto con un detergente estándar y agua, según las recomendaciones de la norma. El equipo de lavado y agitado está diseñado para simular ciclos de lavado y enjuague típicos, con agitación y movimiento del agua para imitar las condiciones de lavado reales.

Durante el proceso, las muestras se someten a ciclos de lavado estándar, que pueden variar en duración y temperatura según el protocolo de prueba. Después de completar los ciclos de lavado y enjuague, las muestras se retiran del equipo y se secan según las especificaciones de la norma ISO 18184. Es importante seguir procedimientos estándar para el secado, evitando el uso de calor excesivo que pueda afectar la integridad de las muestras.

Una vez que las muestras están secas, se evalúa la actividad antiviral mediante técnicas de análisis específicas, como la determinación de la concentración viral residual en las muestras. Esto permite determinar la eficacia del material para mantener su actividad antiviral después del lavado y agitado.

El lavado y agitado de acuerdo con la norma ISO 18184 es un proceso crucial en la evaluación de la actividad antiviral de materiales. Este proceso simula condiciones realistas de uso y lavado, permitiendo evaluar la capacidad de los materiales para mantener propiedades antivirales bajo condiciones de uso típicas. Un cumplimiento preciso de las directrices de la norma asegura resultados fiables y reproducibles en las pruebas de actividad antiviral.



*Figura 35 Lavado y agitado con agua y detergente estándar.*

#### Paso 6: Preparación de dilución serial del virus

La disolución serial del virus es un procedimiento esencial en la preparación de muestras para la evaluación de la actividad antiviral de materiales según la norma ISO 18184. Este proceso implica diluir una suspensión viral inicial en una serie de pasos sucesivos para obtener concentraciones decrecientes del virus.

La disolución serial se realiza siguiendo pautas específicas para garantizar la precisión y reproducibilidad de los resultados del ensayo.

El primer paso en la disolución serial del virus es preparar una suspensión viral inicial con una concentración conocida y adecuada para el ensayo.

Esta suspensión se titula previamente para determinar su concentración viral exacta, lo que proporciona una base para calcular las diluciones sucesivas. Es importante tener en cuenta que la concentración inicial de la suspensión viral debe ser lo suficientemente alta para permitir la detección del virus en las muestras, pero no tan alta como para saturar la actividad antiviral del material en evaluación.

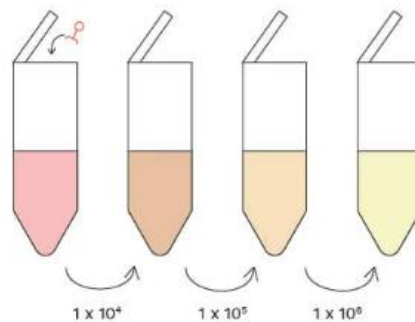
Una vez preparada la suspensión viral inicial, se lleva a cabo la disolución serial mediante la dilución progresiva de esta suspensión en un medio adecuado, como solución salina o medio de cultivo celular.

Cada dilución se realiza con precisión, mezclando una cantidad específica de la suspensión viral inicial con una cantidad igual o mayor de medio de dilución. Es crucial mantener un control riguroso sobre el volumen de la muestra y el medio de dilución para evitar errores en la dilución. Durante el proceso de disolución serial, se realizan diluciones múltiples, cada una de las cuales disminuye la concentración viral en un factor específico. Por ejemplo, una disolución en serie típica puede implicar diluciones de 1:10 (Fig. 36), lo que significa que se toma una parte de la suspensión

viral inicial y se mezcla con nueve partes de medio de dilución para obtener una dilución de 1:10, y este proceso se repite para obtener diluciones adicionales.

Cada dilución se etiqueta y registra cuidadosamente para mantener un seguimiento preciso de las concentraciones virales en cada paso de la disolución serial. Esto es crucial para calcular la dosis viral final que se aplicará en las muestras durante el ensayo.

La disolución serial del virus es un paso crítico en la preparación de muestras para la evaluación de la actividad antiviral de materiales según la norma ISO 18184. Este proceso requiere precisión y atención meticulosa a los detalles para garantizar resultados fiables y reproducibles en las pruebas de actividad antiviral.



*Figura 36 Dilución serial para obtener concentraciones decrecientes del virus OC43.*

### Paso 7: Cultivo de células semilla

El proceso de cultivo celular, también conocido como cultivo de células semilla, es un componente esencial en la evaluación de la actividad antiviral de materiales según la norma ISO 18184. Este proceso implica el cultivo y mantenimiento de células susceptibles al virus en condiciones controladas de laboratorio para facilitar la replicación del virus y su posterior evaluación en la presencia de materiales en estudio. A continuación, describiremos este proceso en detalle.

El primer paso en el proceso de cultivo celular según la norma ISO 18184 es la selección de una línea celular apropiada que sea sensible al virus en estudio. Esto implica elegir una línea celular que sea compatible con el virus y que sea comúnmente utilizada en investigaciones antivirales. Ejemplos comunes incluyen líneas celulares de origen humano o animal.

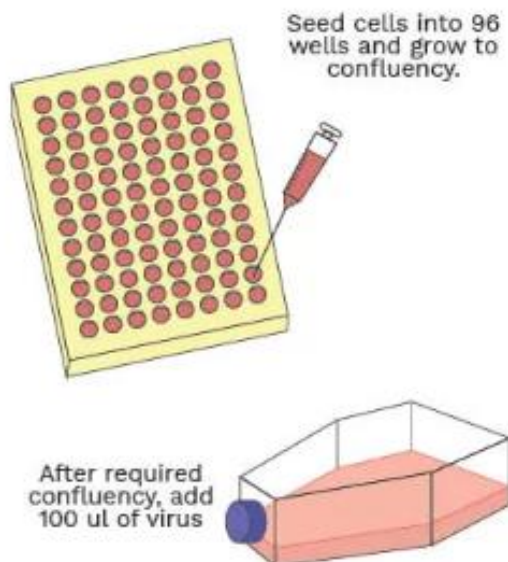
Una vez seleccionada la línea celular adecuada, se procede a preparar un cultivo celular inicial. Esto implica sembrar las células en un recipiente de cultivo (Fig. 37), como una placa de cultivo celular o un frasco de cultivo, con un medio de cultivo apropiado que proporcione los nutrientes y condiciones necesarias para el crecimiento celular óptimo.

Las células semilla se incuban en un ambiente controlado, generalmente a 37 °C con una atmósfera de CO<sub>2</sub> adecuada, y se monitorean cuidadosamente para garantizar su salud y viabilidad. Durante el cultivo, se realiza un cambio regular del medio de cultivo para proporcionar nutrientes frescos y eliminar productos de desecho acumulados.

Una vez que las células alcanzan una confluencia adecuada, lo que significa que han crecido y cubierto completamente la superficie del recipiente de cultivo, están listas para ser utilizadas en el ensayo de actividad antiviral.

En este punto, se inocula el virus en las células semilla y se permite que se replique durante un período de incubación especificado, lo que permite evaluar la actividad antiviral de los materiales en estudio.

El proceso de cultivo celular según la norma ISO 18184 [109], implica la selección de una línea celular adecuada, el cultivo y mantenimiento de células susceptibles al virus en condiciones controladas de laboratorio, y su posterior utilización en ensayos de actividad antiviral. Un cumplimiento preciso de las directrices de la norma asegura resultados fiables y reproducibles en las pruebas de actividad antiviral de materiales.



**Figura 37** Cultivo de células semilla susceptibles al virus OC43.

### Paso 8: Evaluación de la Actividad Antiviral

Recopilar muestras en diferentes momentos para evaluar la actividad antiviral a lo largo del tiempo. Utilizar métodos de análisis adecuados para medir la carga viral, como técnicas de cultivo celular

La reducción antiviral se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{Reducción antiviral} = \left(1 - \frac{\text{Carga viral en muestras tratadas}}{\text{Carga viral en muestras no tratadas}}\right) \times 100 \quad (4)$$

### Paso 9: Análisis de Resultados

Comparar los resultados de las muestras tratadas con los controles para determinar la eficacia antiviral. Interpretar los resultados a la luz de las condiciones específicas de prueba y las características del agente antiviral (Fig. 38).

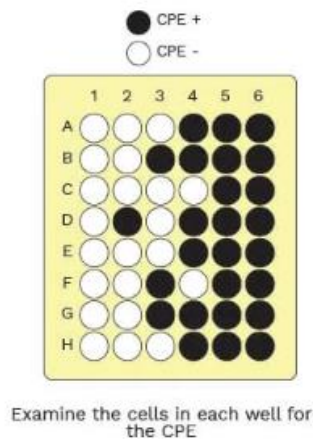


Figura 38 Análisis de resultados CPE+ (Control de Eficiencia Positiva)/ CPE- (Control de Eficiencia Negativa).

### Paso 10: Documentación y Reporte

Documentar detalladamente todos los pasos del procedimiento de prueba, incluidas las condiciones ambientales, las cantidades de virus utilizadas y cualquier variación en el protocolo de acuerdo con ISO 17025 [109].

Preparar un informe completo que incluya los resultados, las conclusiones y cualquier recomendación para la aplicación práctica de los textiles evaluados.

La norma ISO 17025 establece los requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, y su importancia en un laboratorio y específicamente en un trabajo de investigación de tesis como el que aquí se presenta, a continuación, se argumenta por qué la ISO 17025 es crucial tanto para un laboratorio como para un trabajo de investigación de tesis de maestría:

**Garantiza la calidad y la confiabilidad de los resultados:** La ISO 17025 establece criterios estrictos para la competencia técnica y la calidad de los servicios de laboratorio. Para un trabajo de investigación, la fiabilidad de los resultados es esencial para respaldar las conclusiones y contribuir al avance del conocimiento en el campo de estudio.

**Asegura la trazabilidad y la validez de los resultados:** La norma ISO 17025 requiere que los laboratorios calibren y verifiquen sus equipos de medición utilizando estándares rastreables a nivel internacional. Esto garantiza que los resultados obtenidos sean válidos y puedan ser comparados con resultados de otros laboratorios [109].

**Promueve la mejora continua:** La implementación de un sistema de gestión de la calidad según la ISO 17025 fomenta la mejora continua de los procesos y procedimientos del laboratorio. Para un trabajo de investigación de tesis de maestría, esto puede traducirse en una mayor eficiencia en la recolección de datos y la realización de experimentos.

**Facilita la aceptación internacional de los resultados:** La certificación según la ISO 17025 es ampliamente reconocida a nivel internacional. Esto es especialmente importante si el trabajo de investigación de tesis de maestría se realiza en colaboración con otros laboratorios o si se planea publicar los resultados en revistas científicas internacionales [109].

**Ayuda a cumplir con requisitos regulatorios y normativos:** Muchas instituciones educativas y organismos de financiamiento requieren que los trabajos de investigación cumplan con estándares de calidad específicos. Cumplir con los requisitos de la ISO 17025 puede ayudar a asegurar que el trabajo de investigación de tesis de maestría cumpla con estas expectativas.

La ISO 17025 es fundamental tanto para la calidad de los resultados de un laboratorio como para la validez y la credibilidad de un trabajo de investigación de tesis como este. Su implementación garantiza la calidad, la confiabilidad y la trazabilidad de los datos, lo que contribuye significativamente al éxito y la relevancia de la investigación realizada [109].

### **3.5.6 Estimación del peso del recubrimiento de WO<sub>x</sub> en fibra de poliéster**

La estimación del peso del recubrimiento de WO<sub>x</sub> en fibra de poliéster es un proceso crucial en esta propuesta de investigación y desarrollo.

Se llevaron a cabo mediciones en 20 probetas para determinar el peso (gr.) promedio del recubrimiento con precisión (Tabla 4).

El proceso de estimación implicó varias etapas. En primer lugar, se prepararon las probetas de fibra de poliéster, que sirvieron como sustrato para el recubrimiento de WO<sub>x</sub>. Estas probetas se cortaron en dimensiones específicas (5mm).

Estas probetas funcionalizadas se midieron utilizando una balanza de precisión. Estas mediciones se realizaron con el fin de determinar el peso promedio de las probetas de fibra de poliéster funcionalizadas.

Finalmente, se promediaron los resultados de las 20 mediciones para obtener una estimación precisa del peso del recubrimiento de WO<sub>x</sub> en fibra de poliéster.

Esta estimación es crucial para evaluar la cantidad de material recubierto y para garantizar la reproducibilidad y consistencia en la fabricación de materiales compuestos basados en fibra de poliéster recubierta con WO<sub>x</sub>.

Las muestras se sintetizaron fijando las siguientes condiciones experimentales:

Temperatura del filamento= 1200 °C

Diámetro de la muestra = 5 mm

Separación entre filamento y poliéster =7 cm

Número de mediciones=20

Presión de la cámara 120 mTorr

		Tiempo depósito		
		10 minutos	15 minutos	20 minutos
Peso (gr)	M1	3.00E-05	9.00E-05	1.40E-04
	M2	2.40E-04	1.70E-04	6.00E-05
	M3	6.90E-04	7.40E-04	5.40E-04
	M4	2.70E-04	1.30E-04	2.20E-04
	M5	1.60E-04	-	2.20E-04
	M6	3.30E-04	9.00E-05	2.00E-04
	M7	9.00E-05	4.50E-04	8.00E-05
	M8	3.70E-04	-	8.00E-05
	M9	1.60E-04	2.90E-04	1.20E-04
	M10	4.00E-05	1.80E-04	7.00E-05
	M11	3.90E-04	3.90E-04	1.30E-04
	M12	9.40E-04	7.40E-04	7.40E-04
	M13	2.30E-04	1.00E-04	2.00E-04
	M14	6.00E-05	1.20E-04	1.00E-05
	M15	2.60E-04	6.00E-05	1.10E-04
	M16	6.40E-04	3.80E-04	4.80E-04
	M17	2.00E-04	8.00E-05	1.40E-04
	M18	6.60E-04	6.20E-04	4.90E-04
	M19	2.40E-04	4.60E-04	4.20E-04
	M20	6.00E-05	3.60E-04	1.10E-04

*Tabla 4 Mediciones empleadas para obtener el peso del recubrimiento de WO<sub>x</sub> en poliéster para las tres temperaturas de depósito.*

La estimación del peso del recubrimiento de WO<sub>x</sub> en fibra de poliéster, basada en la medición de 20 probetas, revela un hallazgo interesante y significativo.

A partir de los datos obtenidos y analizados, se ha observado una tendencia clara a medida que aumenta el tiempo de uso del filamento de tungsteno, se produce una disminución en el peso del depósito de WO<sub>x</sub> (Fig. 39), se estimó el peso en  $3 \times 10^{-4}$  gr. de pérdida de peso lo que representa valor marginal.

Este hallazgo se puede explicar debido a que la sublimación del WO<sub>x</sub> comienza a la temperatura de 750 °C y llega a ser más substancial arriba de 900 °C. Por encima de 1300 °C, la razón de sublimación del WO<sub>x</sub> corresponde a la razón de oxidación y la superficie del filamento que mantiene libre de óxido. A temperaturas altas, la presión parcial del oxígeno dentro del reactor influye fuertemente la tasa de reacción.

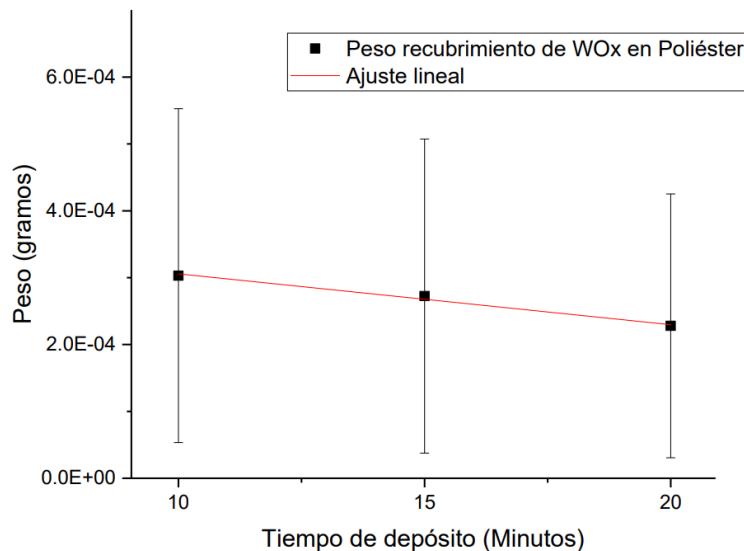
La disminución del peso del tungsteno en el rango de temperaturas entre 700 y 1200 °C y a presiones reducidas; depende de la temperatura del tungsteno, la presión parcial del oxígeno y de la profundidad de oxidación por unidad de tiempo (min) [111].

Este resultado tiene repercusiones significativas en nuestra comprensión del comportamiento de los recubrimientos de  $WO_x$  en este sustrato específicamente y en la determinación del peso y el espesor del recubrimiento del  $WO_x$  sobre la fibra de poliéster.

Esta conclusión sugiere que, a medida que el filamento de tungsteno se utiliza con mayor frecuencia y durante períodos más prolongados, la razón de depósito disminuye ligeramente y en consecuencia el peso del material nanoestructurado sobre el poliéster, como se presenta en (Fig. 39).

Esta gráfica nos indica una disminución lineal del peso en función del tiempo de depósito, sin embargo, la razón de cambio en peso es despreciable para los tiempos considerados, lo que nos permite concluir que el peso del recubrimiento en las pruebas antivirales y antibacteriales correspondieron a un peso promedio de  $3 \times 10^{-4}$  gr.

Además, esta estimación resalta la importancia de llevar a cabo estudios adicionales para investigar en profundidad los mecanismos subyacentes detrás de esta tendencia observada y para explorar posibles estrategias de mejora y optimización del recubrimiento de  $WO_x$  en fibra de poliéster para garantizar un rendimiento óptimo y una vida útil prolongada en diversas aplicaciones prácticas.



**Figura 39** Gráfica que corresponde a la determinación de peso del recubrimiento  $WO_x$  sobre poliéster en función del tiempo de depósito.

# CAPITULO IV

## 4.1 Análisis y discusión de resultados

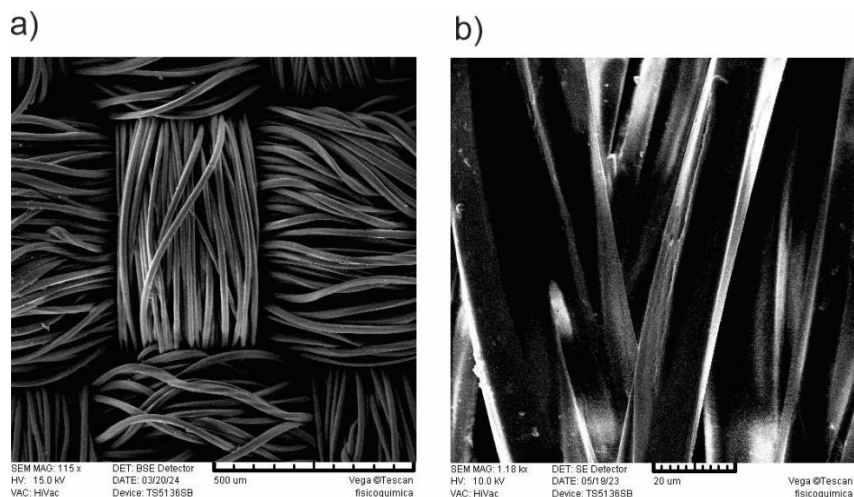
En este capítulo se discuten los resultados de las caracterizaciones de los recubrimientos de  $WO_x$  sintetizados mediante la técnica HFCVD sobre poliéster, entre ellas: TEM, SEM, XRD, MARTINDALE, exposición a UV(Xenotest), Método de difusión antimicrobiana (Kirby-Bauer) para *E. coli* y *P. aeruginosa* y Método ISO 18184 prueba de actividad antiviral (OC43) Coronavirus humano.

Se inicia con los análisis de las características morfológicas del recubrimiento en el sustrato de poliéster considerando las condiciones experimentales descritas en el capítulo 3. Asimismo, se determinan sus propiedades de cristalinidad correlacionando los resultados de XRD y HRTEM.

Posteriormente, el textil funcionalizado se someta a pruebas de resistencia a la luz UV y a pruebas mecánicas de abrasión para determinar las características de adherencia del material nanoestructurado al sustrato de poliéster. Finalmente, se presentan las propiedades antibacteriales y antivirales del recubrimiento de  $WO_x$ .

## 4.2 Depósito de los recubrimientos de $WO_x$ sobre poliéster mediante HFCVD

La [Figura 40](#) muestra al tejido “prístino” a una barra de escala de 500  $\mu\text{m}$ , en donde se aprecian los hilos de urdimbre y trama entrelazados (formados por fibras de poliéster) antes de ser funcionalizadas, con un acercamiento a la imagen de las fibras, en dónde no es fácil observar nítidamente los hilos de poliéster, porque el sustrato es un aislante y por tanto se observan efectos de acumulación de carga en la superficie del poliéster.



**Figura 40** Micrografía de SEM del tejido “prístino” de poliéster, b) Imagen a mayor amplificación que muestra las características morfológicas de un manojo de fibras de poliéster.

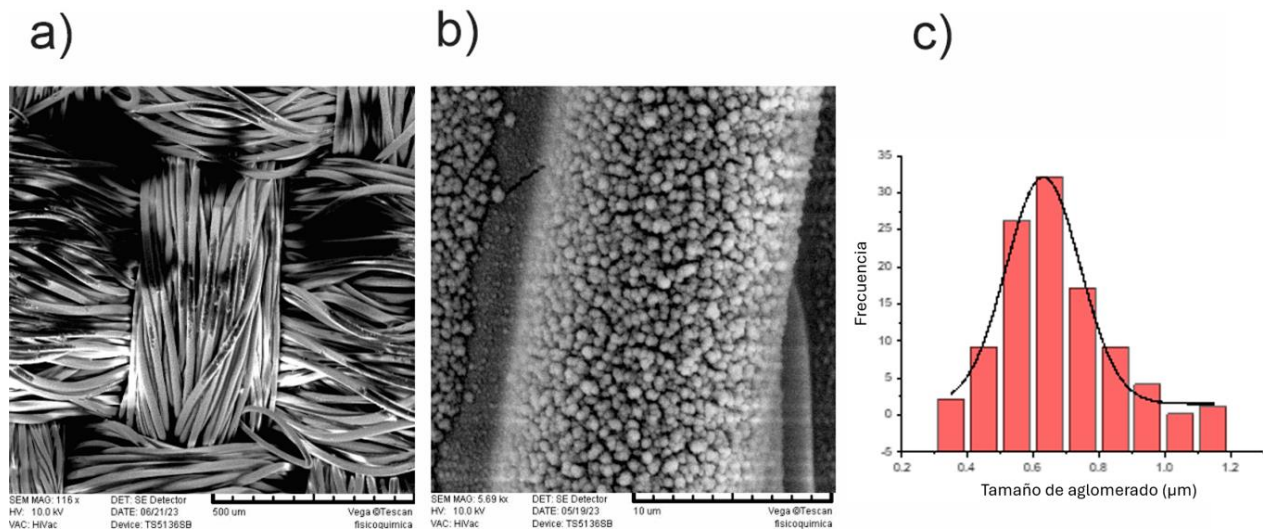
La **Figura 41a** corresponde al tejido funcionalizado con el  $\text{WO}_x$  nanoestructurado, en este caso el depósito se realizó bajo las siguientes condiciones experimentales:

- Temperatura del filamento 1200 °C.
- Presión del reactor 150 mTorr.
- Distancia de fuente a tela: 2 cm.
- Tiempo de depósito de 10 minutos.

La micrografía de SEM a condiciones de baja resolución (escala de la barra 500 µm), se logra apreciar a primera instancia que el recubrimiento es homogéneo dado que, no observan aglomeraciones en la superficie ni precipitados entre las fibras de poliéster, situación observada frecuentemente cuando se emplean rutas químicas para los mismos propósitos [112].

En la **Figura 41b**, se muestra una región a mayor amplificación del textil funcionalizado, en la que se observa que los hilos están cubiertos en toda la superficie de partículas submicrométricas formando estructuras auto ensambladas del tipo coliflor.

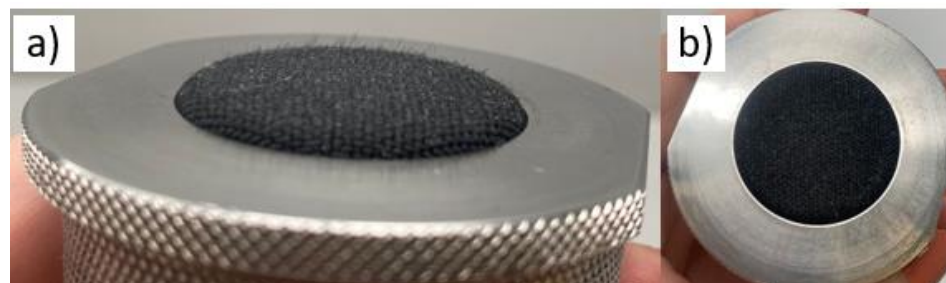
Finalmente, en la **figura 41c** se muestra el histograma que permite determinar el tamaño de partícula promedio, el cual se encuentra alrededor de 630 nanómetros.



**Figura 41** a) Micrografía a baja resolución que muestra al tejido funcionalizado con  $WO_3$ , b) Recubrimiento homogéneo y conformal sobre una fibra de poliéster con aglomerados tipo coliflor, c) Histograma que proporciona el tamaño promedio de las aglomeraciones sobre la superficie del poliéster cuyo promedio se encuentra en 630 nanómetros.

### 4.3 Caracterización abrasión

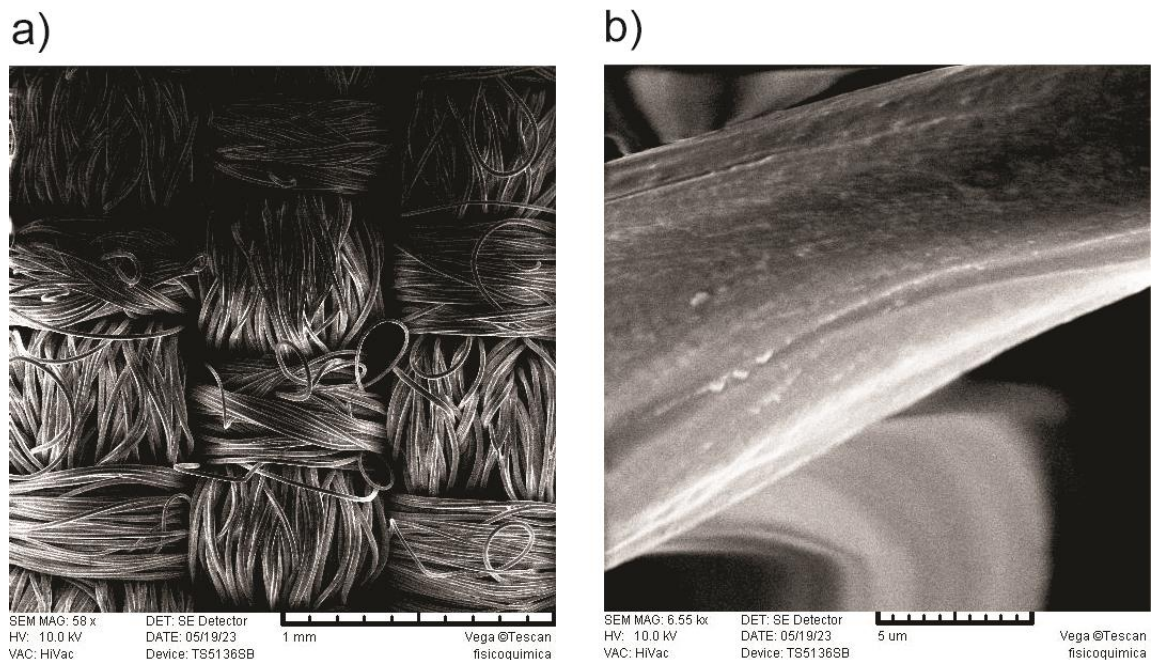
Es importante mencionar que en esta caracterización mecánica se empleó el textil funcionalizado manteniendo las mismas condiciones experimentales que el caso anterior (temperatura del filamento  $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ , presión del reactor 150 mTorr, distancia de fuente a tela: 2 cm y tiempo de depósito de 10 minutos). La [Figura 42a](#) corresponde a una vista transversal del sustrato textil después de 10,000 ciclos de abrasión con el equipo Martindale, donde se aprecian fibras desprendidas del tejido. En contraparte, la [Figura 42b](#) corresponde a una vista frontal del sustrato textil después de 35,000 ciclos de abrasión, en donde se aprecia que las fibras se han “rasurado” y no se muestran daños al tejido.



**Figura 42** Prueba de abrasión Martindale: a) vista transversal b) vista lateral de la probeta abrasión [97].

Para tener una idea más clara del papel del recubrimiento nanoestructurado de  $WO_x$  en las pruebas de abrasión en la [Figura 43a](#) se muestra la micrografía a baja resolución de la muestra que fue sometida a la prueba Martindale después de los 35000 ciclos.

Esta micrografía muestra que algunas de las fibras se separaron de la trama y, al mismo tiempo, se observan algunas regiones claras y oscuras sobre la superficie de las fibras de poliéster, lo cual es un indicativo de que todavía hay recubrimiento de  $WO_x$  dado que en las zonas más brillante proviene de una mayor emisión de electrones correspondiente al material menos resistivo.



**Figura 43** Prueba de abrasión Martindale: a) Imagen de SEM de las fibras de poliéster después de 35,000 ciclos de abrasión, b) Imagen a mayor amplificación con material remanente de  $WO_x$  en la superficie de la fibra de poliéster.

En la [Figura 43b](#) se muestra la imagen a mayor resolución correspondiente a la muestra anterior, en ella se puede observar que en la superficie de la fibra todavía la existencia de partículas del recubrimiento de  $WO_x$  después del proceso de abrasión.

Este resultado es relevante porque nos indica que la técnica HFCVD proporciona buenas propiedades de adherencia del recubrimiento a consecuencia de que el sustrato de poliéster se calienta a una temperatura aproximadamente de 50 °C, y de que los clústeres de  $WO_x$  que llegan al sustrato también poseen una cierta energía térmica; ambas situaciones pueden promover la formación de un enlace covalente lo que daría como resultado un material híbrido, resultado que, a futuro se piensa explorar mediante mediciones caracterización superficiales como espectroscopia de electrones Auger (EDS) o foto electrónica de rayos X (XPS).

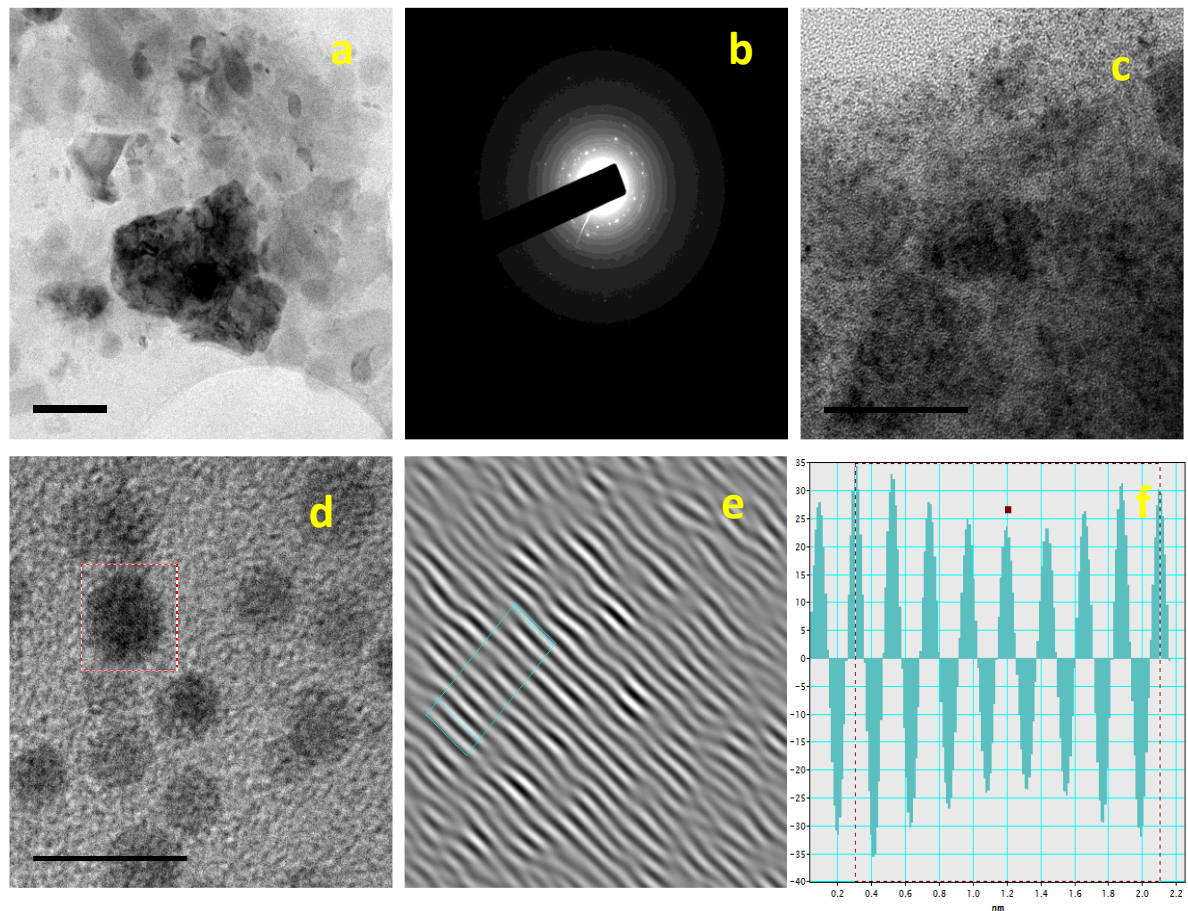
## 4.4 Caracterización HRTEM

En la [figura 44a](#) se muestra una imagen a baja resolución de una porción del recubrimiento sobre una rejilla de cobre, la cual fue depositada por goteo con la solución que contiene el material de  $\text{WO}_x$ . De la imagen de TEM se puede observar que el tamaño de la aglomeración es de alrededor de 500 nanómetros que está en consistencia con los resultados de SEM.

En la [figura 44b](#) se muestra el patrón de difracción de electrones en área selecta (SAED), se aprecia un arreglo de puntos situados sobre anillos gruesos, los anillos son un indicador de especímenes con tamaño de grano muy fino o de materiales amorfos, lo que muestra que los electrones son dispersos aleatoriamente por la estructura amorfa de la muestra, en la figura también es posible identificar puntos brillantes ligeramente difusos, esto es un indicador de la presencia de defectos cristalinos, es decir de defectos estructurales de la red [\[113\]](#). Por lo que podemos inferir que la muestra analizada de  $\text{WO}_x$  es policristalina con tamaño de grano nanométrico.

En la [figura 44c](#) se presenta una micrografía de TEM a mayor resolución en la que se puede deducir que las aglomeraciones están formadas por partículas nanométricas embebidas dentro de una matriz amorfa distribuidas aleatoriamente con tamaños del orden de 5 nanómetros ([Figura 44d](#)).

Finalmente, en las [Figuras e y f](#) se muestran los resultados concernientes al procesamiento de la imagen anterior empleando el software Gatan para determinar las distancias interplanares de los dominios nano-cristalinos; se identificaron dos valores 2.28 y 3.7  $\text{\AA}$ , los cuales pertenecen a los planos cristalinos: (130) y (020) del  $\text{WO}_x$ . [\[113\]](#).

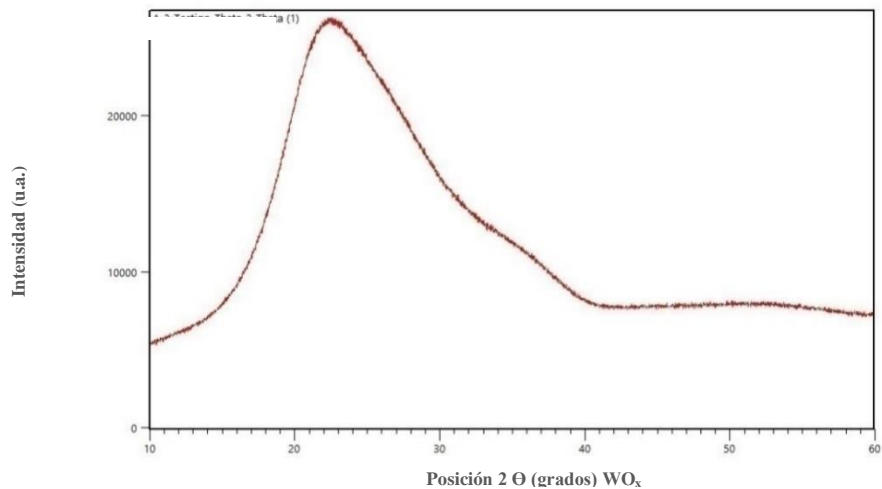


**Figura 44** Caracterización por HRTEM del recubrimiento  $WO_x$

a) Imagen HRTEM de los aglomerados tipo coliflor, b) Patrón de difracción de electrones de área seleccionada (SAED) del recubrimiento  $WO_x$ , c) Imagen a mayor resolución de los aglomerados formados de nanopartículas d) Imagen de HRTEM que muestra las nanopartículas de  $WO_x$ , e) Procesamiento de la imagen HRTEM mediante la transformada de Fourier para determinar las propiedades estructurales de los nanocristales de  $WO_x$  y f) Determinación de la distancia interplanar mediante el software Gatan.

## 4.5 Caracterización XRD

Continuando con la caracterización del recubrimiento de  $WO_x$  en poliéster, en la [Figura 45](#) se presenta su correspondiente patrón de difracción en el intervalo  $2\theta$  de 10 a 60 grados. El patrón muestra un pico de baja intensidad y muy ancho en el intervalo  $2\theta$  de 15 a 35 grados. Este resultado es una confirmación de que el recubrimiento contiene dominios nanocristalinos de  $WO_x$ , como se encontró en los resultados previos de HRTEM, además de que la posición en  $2\theta$  del pico observado contiene los picos característicos del  $WO_3$  correspondientes a los planos (002), (020) y (200).



**Figura 45** Difractograma de XRD del recubrimiento nanoestructurado de WO<sub>x</sub>.

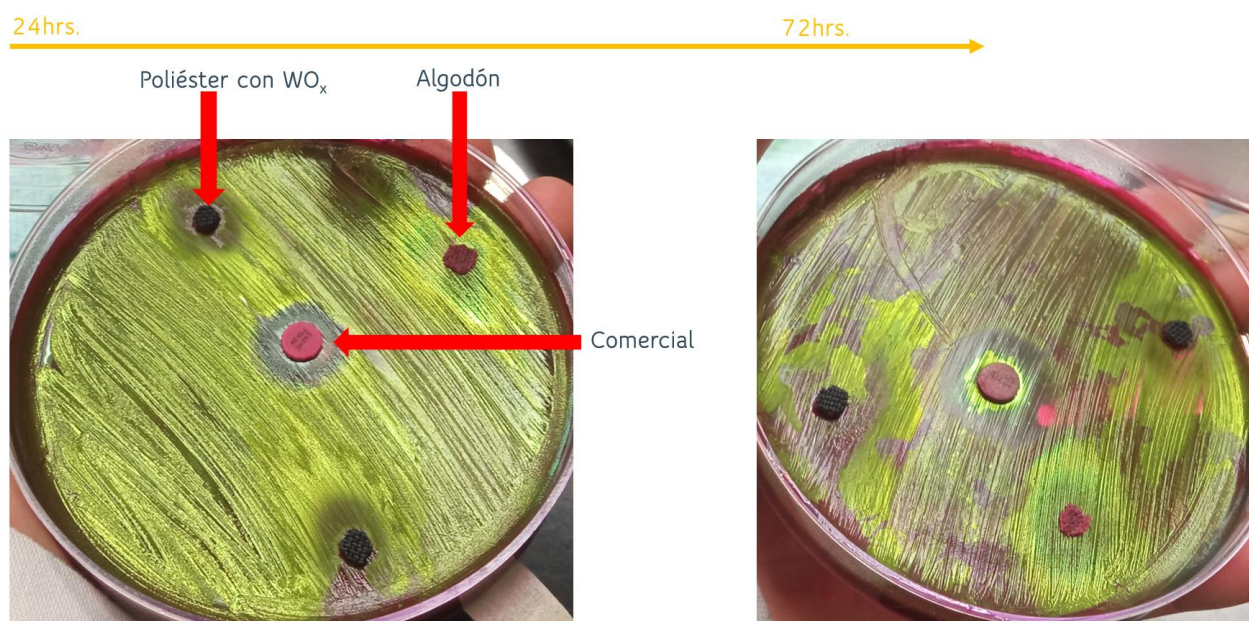
El ordenamiento de corto alcance en el patrón de XRD obtenido, es consecuencia del tamaño de los nanocristales y de su orientación azarosa dentro de la matriz amorfa, en donde los nanocristales se van auto ensamblando conforme va en progreso el proceso de síntesis hasta dar lugar a formación de aglomerados submicrométricos.

Lo anterior es causado por la baja temperatura del sustrato (50°C) lo cual no favorece la cristalización, así mismo es razonable suponer que los nanocristales observados en HRTEM se emiten desde la vecindad del filamento y se condensan sobre el sustrato en forma de estructura jerárquica conocida como tipo coliflor [114].

## 4.6 Caracterización antibacteriana

Se caracterizaron las propiedades antibacterianas del  $WO_x$  (depositado en poliéster) utilizando el medio de cultivo para enterobacterias gram negativas (cromógeno) que son fermentadoras de lactosa (EMB). Se sembró la cepa *E. coli*, ATCC 25922 [115], a temperatura de  $35^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ , se sabe que crece la bacteria, ya que vira a un color verde metalizado cuando es fermentadora de lactosa y se observó el crecimiento de la bacteria durante las siguientes 8, 24, 48, 72 y 96 horas, enseguida después de sembrar la bacteria, se colocaron varios sensidiscos con diferentes antibióticos y el material cortado en forma de sensidisco (poliéster recubierto con  $WO_x$ , (Fig. 46).

Las propiedades del material funcionalizado con  $WO_x$  muestra resultados desde las primeras 24 horas de cultivo, la prueba es que alrededor del material  $WO_x$  se forma un halo de inhibición, el cual indica su capacidad antibacteriana situación que podría emplearse para obtener de manera indirecta la concentración del  $WO_x$  y su proceso de difusión.



**Figura 46** Pruebas de difusión en agar empleando recubrimientos de  $WO_x$  sobre poliéster con diferentes tiempos de incubación.

En primera instancia, el tamaño de los halos que se presentaron a las 24 horas posee un diámetro que corresponden a los señalados en la tabla en recuadros de color amarillo (ver [Tabla 5](#)), parecidos a la acción de antibióticos comerciales. Para las 72 horas, el halo de inhibición es mayor que la correspondiente a las 24 horas y se comporta como los fármacos enmarcados en rojo. Con base a los resultados anteriores, se procedió a realizar su comparación con los patrones estándar de halo de inhibición empleando como control de calidad la cepa *E. coli* (ver [Tabla 5](#)), esto con la finalidad

de tener una idea clara del rendimiento antibacterial del poliéster funcionalizado con los antibióticos que se comercializan normalmente en el mercado farmacéutico.

De la [tabla 5](#) podemos ver que el rendimiento del textil funcionalizado es similar al caso de Gentamicina, Cefotetan, Cefmetazol con cargas de disco de 10, 20 y 30 µg, respectivamente. En consecuencia, se puede afirmar que el rendimiento de acuerdo con el halo de inhibición corresponde a resistente.

De la misma, el rendimiento puede ser catalogado como resistente para los antimicrobianos del grupo B Ampicilina/sulbactam y Trimetropina/sulfametazol con cargas de 10/10 y 1.25/23.75, respectivamente.

Es importante mencionar que el peso promedio medido de los recubrimientos de WO<sub>x</sub> en el poliéster en estos experimentos correspondió a 0.3 miligramos (ver [Tabla 4](#)), el cual se encuentra aproximadamente por debajo de un orden magnitud con respecto a los antibióticos estándares.

Se debe señalar que al parecer el efecto antibacterial no disminuye con el tiempo, es decir la reacción del WO<sub>x</sub> con las bacterias es continua.

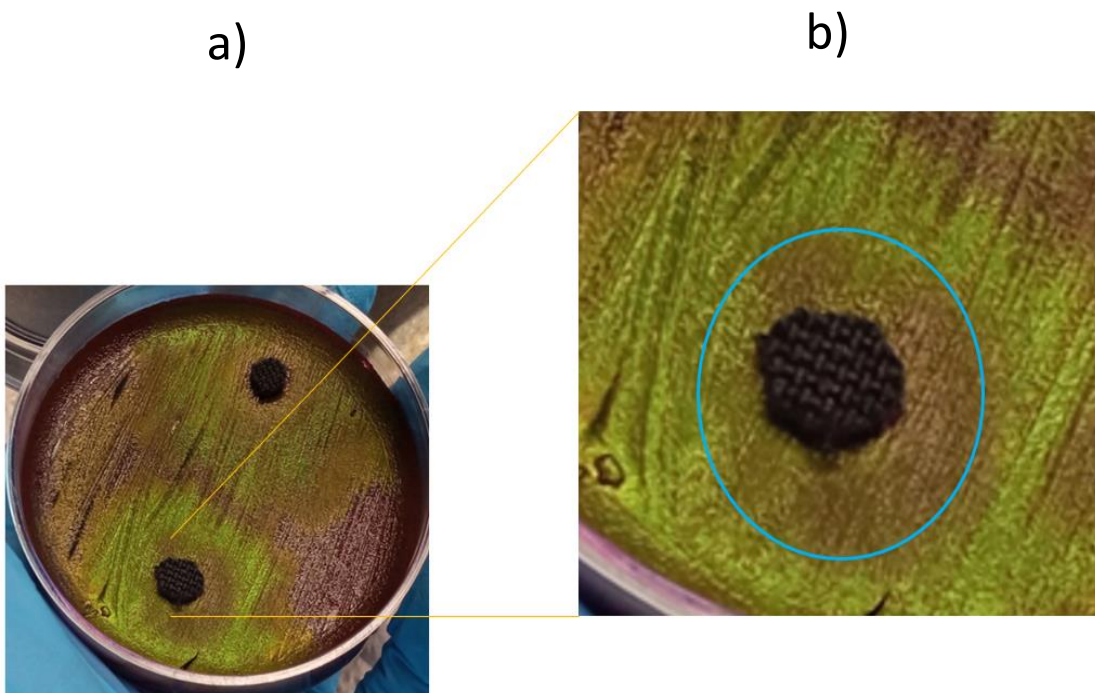
Patrones estándar del halo de inhibición, puntos de corte equivalente a la CMI para enterobacterias <sup>a</sup> y diámetro del halo de inhibición para la cepa <i>E. coli</i> ATCC25922 empleada como control de calidad								
GRUPO	Antimicrobiano	Carga del disco (µg)	Diámetro del halo de inhibición (mm)			Punto de corte Equivalente a la CMI (µg/ml)		<i>E. coli</i> ATCC 25922 intervalo <sup>b</sup>
			Resistente	Intermedia	Sensible	Resistente	Sensible	
A	Ampicilina <sup>a,c</sup>	10	<13	14-16	>17	>32	<8	16-22
	Cefalotina <sup>c,d</sup>	30	<14	15-17	>18	>32	<8	15-21
	Cefazolina <sup>c,d</sup>	30	<14	15-17	>18	>32	<8	23-29
	Gentamicina <sup>c</sup>	10	<12	13-14	>15	>8	<4	19-26
B	Amoxicilina/ácido clavulánico	20/10	<13	14-17	>18	>16/8	<8/4	19-25
	Ampicilina/sulbactam	10/10	<11	12-14	>15	>32/16	<8/4	20-24
	Piperacilina/tazobactam	100/10	<17	18-20	>21	>128/4	<16/4	24-30
	Ticarcilina/ácido clavulánico	75/10	<14	15-19	>20	>128/2	<16/2	25-29
	Mezlocilina	75	<17	18-20	>21	>128	<64	23-29
	Ticarcilina	75	<14	15-19	>20	>128	<16	24-30
	Piperacilina	100	<17	18-20	>21	>128	<16	24-30
	Cefamandol	30	<14	15-17	>18	>32	<8	26-32
	Cefonicid	30	<14	15-17	>18	>32	<8	25-29
	Cefuroxima (oral)	30	<14	15-22	>23	>32	<4	20-26
	Cefpodoxima	10	<17	18-20	>21	>8	<2	23-28
	Cefixima	5	<15	16-18	>19	>4	<1	23-27
	Cefoxitina	30	<14	15-17	>18	>32	<8	23-29
	Cefotetan	30	<12	13-15	>16	>64	<16	28-34
	Cefmetazol	30	<12	13-15	>16	>64	<16	26-32
	Cefoperazona <sup>a</sup>	75	<15	16-20	>21	>64	<16	28-34
	Cefotaxima <sup>a,d</sup>	30	<14	15-22	>23	>64	<8	29-35
	Ceftizoxima <sup>a</sup>	30	<14	15-19	>20	>32	<8	30-36
	Ceftriaxona <sup>a,d</sup>	30	<13	14-20	>21	>64	<8	29-35
	Cefepima	30	<14	15-17	>18	>32	<8	29-35
	Imipenem	10	<13	14-15	>16	>16	<4	26-32
	Meropenem	10	<13	14-15	>16	>16	<4	28-34
	Amikacina	30	<14	15-16	>17	>32	<16	19-26
	Ciprofloxacino <sup>a,c</sup>	5	<15	16-20	>21	>4	<1	30-40
	Levofloxacino	5	<13	14-16	>17	>8	<2	29-37
	Trimetoprim/sulfametoxazol <sup>a,c</sup>	1,25/23,75	<10	11-15	>16	>8/152	<2/38	24-32

**Tabla 5** Patrones estándar de halo de inhibición de acuerdo con la Sociedad Española de Enfermedades [115].

La **Figura 47a** muestra la actividad antibacterial del poliéster funcionalizado a la cepa *E. coli* después de un tiempo de incubación de 24 horas y una temperatura de 35°C.

En esta imagen se puede apreciar la formación de un efecto de halo alrededor de ambas muestras, este resultado indica que la bacteria es susceptible al poliéster recubierto con  $WO_x$ .

En el recuadro (**Figura 47b**) se indica la zona de susceptibilidad encerrada en círculo azul, en la que se puede asignar un diámetro de aproximadamente un centímetro.



**Figura 47** Pruebas de difusión en agar del recubrimiento de  $WO_x$ ; Cepa bacteriana *E. coli*, 24 hrs.

En la **Figura 48** se presenta una imagen característica de la actividad antibacterial del textil funcionalizado con  $WO_x$  para la misma cepa que el caso anterior, solo que ahora, las condiciones experimentales correspondieron a un tiempo de incubación de 72 horas a una temperatura de 35°C.

En esta misma imagen se indica con una línea azul el establecimiento del diámetro del halo de inhibición que, en este caso correspondió a un valor de 1.2 cm.

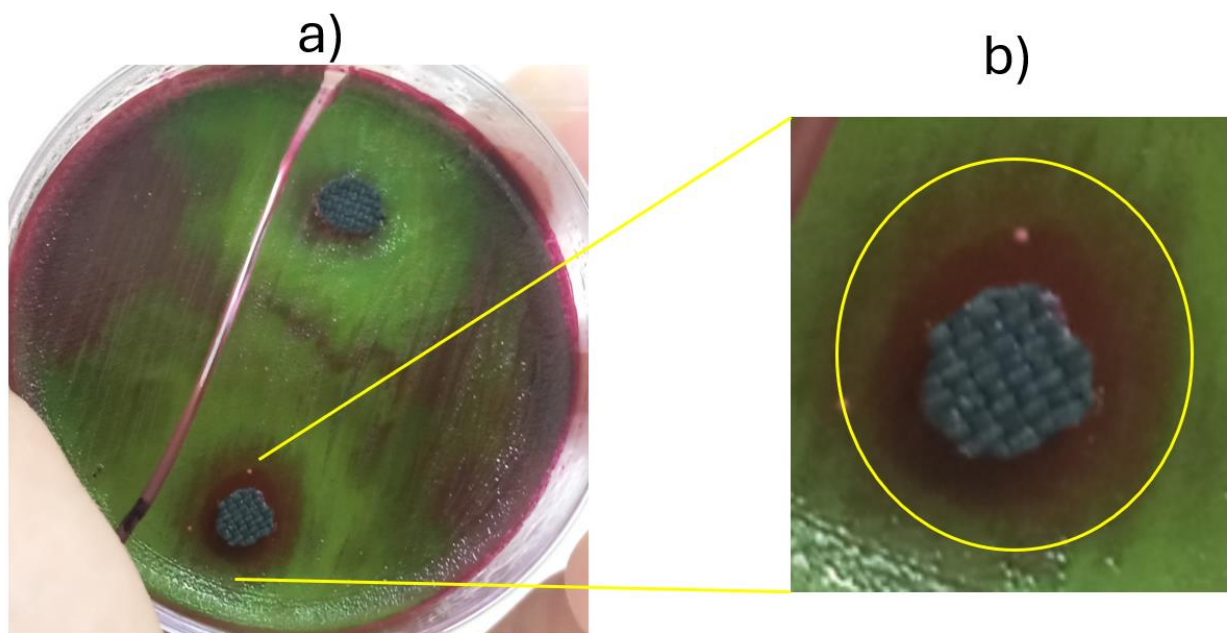


*Figura 48 Pruebas de difusión en agar del recubrimiento de WO<sub>x</sub>; E. coli, 72 hrs. Y con 1.2 cm de inhibición.*

Continuando con la caracterización, la [Figura 49-a](#) muestra la actividad antibacterial, pero ahora empleando un tiempo de incubación de 96 horas a la temperatura de 37°C.

En la [Figura 49-b](#) al igual que en los casos precedentes se muestra la formación del halo de inhibición, sin embargo, las dimensiones de los diámetros son menor que los casos precedentes.

Con base a los resultados mostrados en esta sección se puede concluir que el textil funcionalizado es tóxico a la cepa *E. coli*, lo cual confirma lo mostrado recientemente, es decir, que el WO<sub>x</sub> es un material con alto potencial que podría brindar la oportunidad de que las súper-bacterias ya no sean un gran problema de contaminación intrahospitalaria [73].



**Figura 49** Pruebas de difusión en agar del recubrimiento de  $WO_x$ ; *E. coli*, 96 horas.

Es importante destacar que los resultados obtenidos son prometedores, sin embargo, se requiere más investigación para profundizar aspectos como la toxicidad, la estabilidad y la eficacia a largo plazo del  $WO_x$  nanoestructurado.

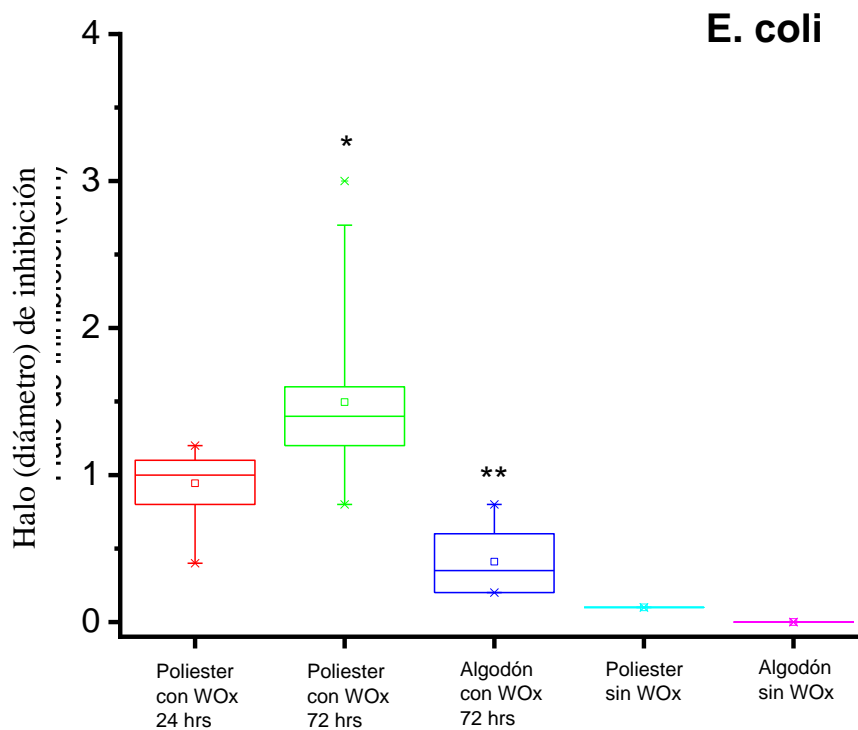
Además, la realización de estudios clínicos y pruebas en condiciones más realistas podría proporcionar una comprensión más completa de la viabilidad de esta propuesta como un agente antibacteriano efectivo en aplicaciones médicas o industriales.

Finalmente, para visualizar de manera más precisa los resultados obtenidos, en la [figura 50](#) se presenta la estadística correspondiente a las mediciones de los halos de inhibición para la cepa bacteriana *E. coli*.

Esta gráfica muestra que las dimensiones del halo de inhibición tienden a aumentar proporcionalmente al tiempo de incubación de 24 a 48 horas, sin embargo, se observó que si se incrementa el tiempo a 72 horas las dimensiones tienden a disminuir.

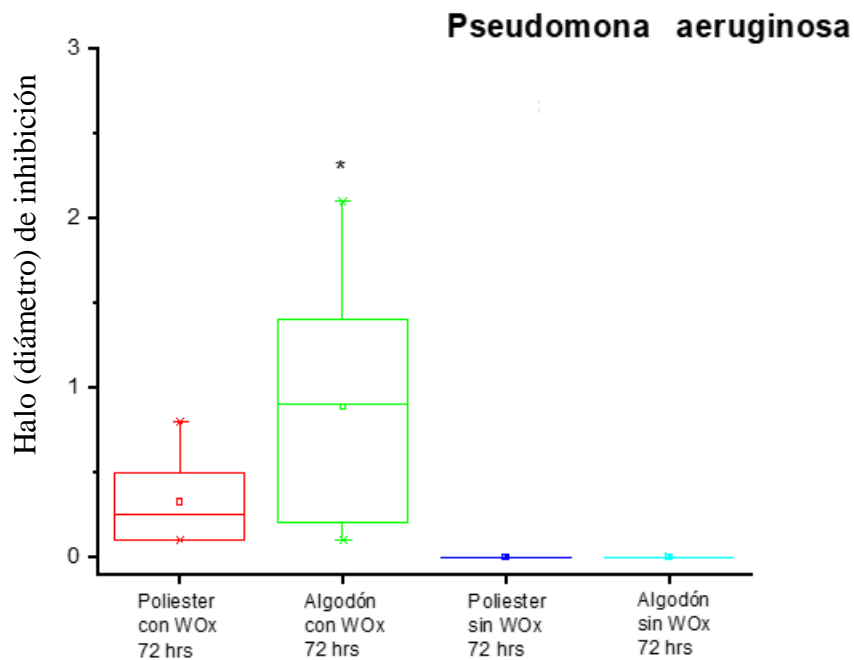
Con propósitos comparativos, en este esquema se incluye el mismo experimento, pero ahora empleando al algodón funcionalizado con  $WO_x$  nanoestructurado y sin funcionalizar. Los resultados evidenciaron la formación de halos de dimensiones marginales después de 72 horas de incubación. En el caso de algodón prístino prácticamente la actividad antibacteriana fue nula.

Este último hecho se le puede atribuir a la absorción de la humedad del algodón a condiciones atmosféricas que, de acuerdo con lo reportado se sitúa en el intervalo de 6.75 a 8.25 % (peso en seco). Este resultado es un indicativo de que el agua puede promover el crecimiento de la cepa *E. coli*, dado que, al final del proceso de incubación se observó el crecimiento bacteriano en la superficie del textil de algodón funcionalizado. Es importante remarcar que la absorción de la humedad en el poliéster a condiciones atmosféricas es solamente del 0.4 %.



**Figura 50** Diagrama de caja que representa las dimensiones de los halos de inhibición para la bacteria *E. coli* considerando diferentes tiempos de incubación y sustratos textiles.

La caracterización del recubrimiento en poliéster se extendió a otra bacteria, específicamente, la *Pseudomona aeruginosa* (ATCC 27853), los resultados se presentan mediante el diagrama de caja en la [figura 51](#).



**Figura 51** Diagrama de caja que representa las dimensiones de los halos de inhibición para la bacteria *Pseudomona aeruginosa* considerando diferentes tiempos de incubación y sustratos textiles.

En este gráfico se muestra solamente el caso más significativo que correspondió al tiempo de incubación de 72 horas.

De los resultados se puede decir que el rendimiento antibacterial en términos de las dimensiones de los halos de inhibición, es menor en comparación con el resultado anterior para la cepa *E. coli*, sin embargo, es importante remarcar que en estas circunstancias el poliéster funcionalizado con  $WO_x$  se puede catalogar como resistente a la cepa *P. aeruginosa*.

Por otro lado, los halos de inhibición del algodón funcionalizado con  $WO_x$  para el caso de la *P. aeruginosa* mostró un mejor rendimiento que el caso de la *E. coli* y, a su vez, mejor rendimiento que el recubrimiento sobre poliéster [116]. Este resultado, sin duda, es interesante porque indica

que la efectividad antibacterial del recubrimiento depende también del tipo de textil y de la bacteria objetivo. Y está en sentido opuesto a resultados reportados previamente en la literatura, en donde se ha mostrado que la actividad antibacterial que involucra nanopartículas de  $WO_3$  sigue el siguiente orden: *P. aeruginosa* > *E. coli* [69].

Esto demuestra que el mecanismo de acción del recubrimiento de  $WO_x$  sobre textiles no es una cuestión directa y para discernirlo se debe tomar en cuenta las propiedades fisicoquímicas de recubrimiento nanoestructurado, la morfología y la estructura celular de las bacterias [69] así como la realización de un estudio más detallado del papel del sustrato textil.

Se realizaron pruebas antibacteriales del recubrimiento de  $WO_x$  sobre poliéster y algodón a dos bacterias Gram negativas, (*E. coli* (ATCC 25922) y *P. Aeruginosa* (ATCC 27853)).

Se mostró que el rendimiento antibacterial del poliéster funcionalizado es similar al caso de Gentamicina, Cefotetan, Cefmetazol y antimicrobianos del grupo B (Ampicilina/sulbactam y Trimetropina/sulfametaxol) y que, de acuerdo con el patrón de halos de inhibición el textil funcionalizado se puede catalogar como resistente.

Se encontró la evidencia de que el poliéster funcionalizado tiene un efecto antibacterial que no disminuye con el tiempo de incubación, es decir la reacción del  $WO_x$  con las bacterias es continua.

Se analizaron los datos correspondientes a las dimensiones de los halos de inhibición para la cepa bacteriana *E. coli*, encontrándose que las dimensiones del halo de inhibición tienden a aumentar proporcionalmente al tiempo de incubación de 24 a 72 horas.

Para el caso de la *P. aeruginosa* los datos revelaron que, el rendimiento antibacterial para un tiempo de incubación de 72 horas las dimensiones de los halos de inhibición son menores en comparación con la cepa *E. coli* y que en este caso el poliéster funcionalizado con  $WO_x$  también se puede catalogar como resistente a esta cepa.

Se extendió la caracterización antibacterial empleando al algodón funcionalizado y sin funcionalizar con  $WO_x$  nanoestructurado para ambas sepas. En el primer caso se encontró que la eficacia de inhibición siguió el siguiente orden: *E. coli* < *P. aeruginosa* y que el algodón sin funcionalizar el rendimiento antibacterial es nulo.

## 4.7 Caracterización ISO 18184 Prueba de actividad antiviral (OC43) Coronavirus humano

Los resultados de la caracterización según la norma ISO 18184 para la prueba de actividad antiviral contra el coronavirus humano OC43 en la fibra de poliéster sintetizada con WO<sub>x</sub> muestran un resultado positivo del 40%.

Este resultado indica que el material exhibe una capacidad antiviral significativa contra el OC43 en un grado del 40% en comparación con las muestras no tratadas.

Esta prueba se llevó a cabo en el laboratorio: **VARTEST LABORATORIES de Nueva York USA** (Fig. 52), siguiendo los protocolos establecidos en la norma ISO 18184, y con el protocolo ISO/ICC 17025 THIRD PARTY TEST REPORT, que define los procedimientos para evaluar la actividad antiviral de los materiales textiles.

El coronavirus humano OC43 se seleccionó como el virus de prueba debido a que inicialmente se consideró el coronavirus del tipo **SARS-COV2**; pero no se encontraron laboratorios en América y Europa que probaran con este virus por temas de seguridad emitidas por la OMS.


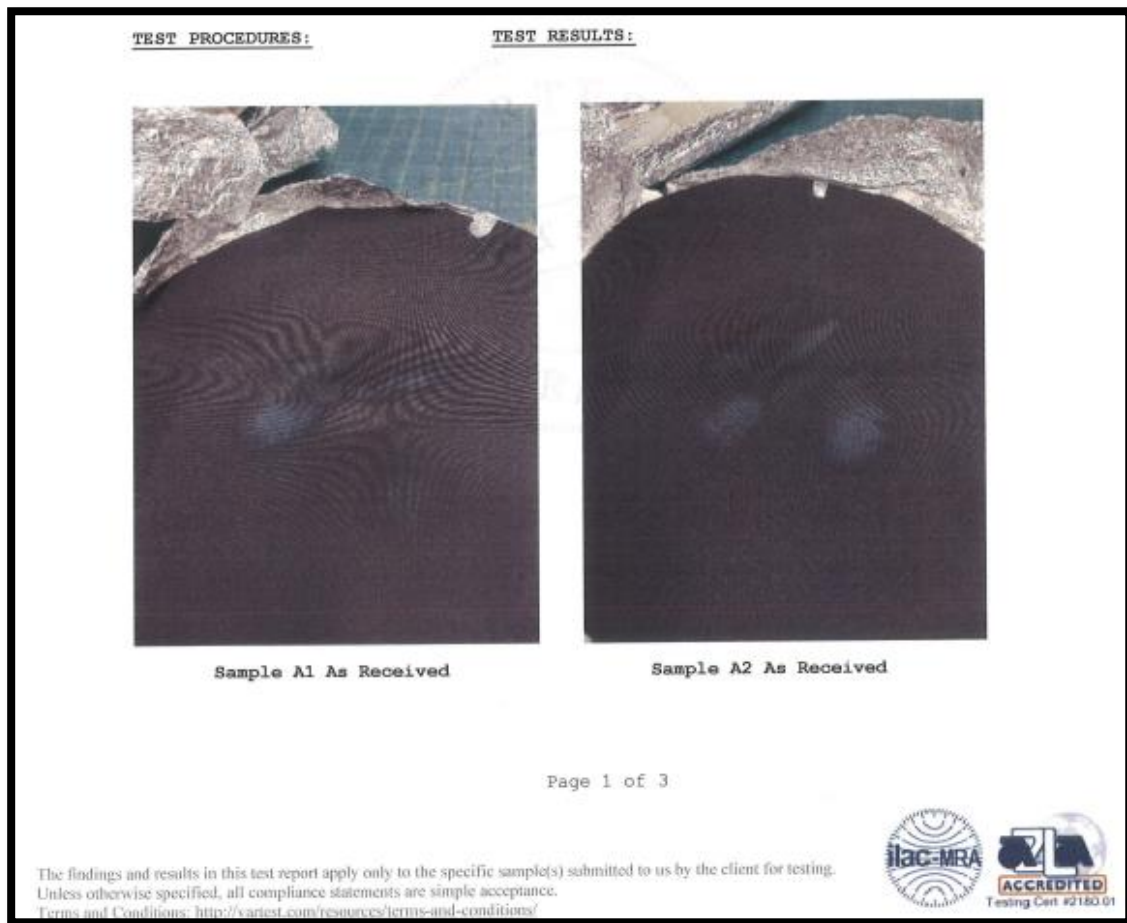
	<b>Quality Assurance &amp; Compliance Testing Utilizing Textile &amp; Related Technologies</b> 19 West 36th Street, 10th Floor New York, NY 10018 Tel: 212 947 8391 Fax: 212 947 8719  www.vartest.com
<b><u>ISO/ICC 17025 Third Party Test Report</u></b>	
<b>DATE:</b> December 29, 2023	<b>FILE:</b> VOLMEX.A121423A <b>PO #:</b> 4590176337
<b>CLIENT:</b> Volkswagen de México S.A. de C.V. Carretera México-Puebla Km 116 San Lorenzo Almecatla 72700 México	<b>ATTN:</b> Edgar Méndez Guzmán
<b><u>SAMPLE IDENTIFIED BY CLIENT AS:</u></b>	
Fabric Submitted Manufacturer: Volkswagen Style #: RFC VMW6408013HF6/OC 4590176337-NY 2 & NY 3 Color: BLACK	

Figura 52 Reporte resultados ISO 18184 [117].



*Figura 53 Reporte resultados ISO 18184 [117].*

Los resultados positivos del 40% indican que el tratamiento con  $WO_x$  ha demostrado una capacidad efectiva para reducir la actividad viral del coronavirus humano OC43 en la fibra de poliéster.

Esto sugiere que el material tratado tiene el potencial de ser utilizado en aplicaciones donde se requiera protección contra la transmisión de virus, como en la fabricación de textiles para el uso de interiores automotrices y en entornos médicos y hospitalarios (Fig. 53).

Antes de adentrarnos en el resultado favorable de las nanoestructuras de  $WO_x$  en el rendimiento antiviral, es fundamental comprender las propiedades morfológicas y estructurales de estos recubrimientos.

La técnica HFCVD permite depositar capas delgadas de óxido de tungsteno sobre sustratos de fibra de poliéster con un control preciso de la composición, morfología y estructura cristalina de los recubrimientos resultantes. En la caracterización del recubrimiento, se realizaron análisis detallados para evaluar estas propiedades.

Desde un punto de vista morfológico, se observó que las nanoestructuras de WO<sub>x</sub> depositadas sobre las fibras de poliéster presentaban una estructura conformal, lo que proporciona una mayor área cubierta para inhibir agentes virales. Esta morfología única es crucial para mejorar la captura e inhibición de virus en comparación con superficies no-conformales, lo que contribuye al rendimiento antiviral del material.

En cuanto a las propiedades estructurales, se determinó que el recubrimiento de WO<sub>x</sub> presenta una estructura cristalina bien definida, generalmente en forma de nanocristales cuasi-esferoidales nanométricos. Estas estructuras cristalinas exhiben una alta estabilidad (UV-Xenotest) y durabilidad a la abrasión (Martindale), lo que es fundamental para mantener la eficacia antiviral del material a lo largo del tiempo y bajo diversas condiciones ambientales.

### Resultado Favorable en el Rendimiento Antiviral

Los estudios de rendimiento antiviral realizados utilizando las fibras de poliéster funcionalizadas con nanoestructuras de WO<sub>x</sub> depositadas por HFCVD arrojaron resultados altamente alentadores (Fig. 54), se observó una significativa reducción en la actividad viral de diferentes tipos de virus, incluidos virus envueltos como el virus de la gripe y el virus del herpes simple.

**Vartest**  
Laboratories

Quality Assurance & Compliance Testing  
Utilizing Textile & Related Technologies  
19 West 36th Street, 10th Floor  
New York, NY 10018  
Tel: 212 947 8391 Fax: 212 947 8719  
www.vartest.com

**ISO/IEC 17025 Third Party Test Report**

FILE: VOLMEX.A121423A  
PO #: 4590176337  
**SAMPLE IDENTIFIED BY CLIENT AS:**  
Fabric Submitted  
Manufacturer: Volkswagen  
Style #: RFC VMW640B013HP6/OC 4590176337-NY 2 & NY 3  
Color: BLACK

**ISO 18184 ANTIVIRAL ACTIVITY TESTING WITH OC43 HUMAN CORONAVIRUS:**

**Summary Statement**

VOLMEX.A121423A shows 40% reduction of Coronavirus OC43 at 2 hours of contact time.

**Preparation of OC43 virus:**

OC43 (ATCC VR-1558) was grown in HCT-8 cells (ATCC CCL-244). Cells were grown in Eagle's minimal essential medium (EMEM) with 10% fetal bovine serum (FBS) at 37°C. Cells at 80-90% confluence in T75 flasks were washed with phosphate buffered saline (PBS) and infected with OC43 at a multiplicity of infection of 0.01-0.1 in EMEM with 2% FBS and incubated at 33°C for 5 days. Supernatant was cleared by centrifugation and frozen in aliquots in liquid nitrogen.

Figura 54 Caratula de Reporte resultados ISO 18184 [117].

Esta reducción en la actividad viral se atribuye a la capacidad de las nanoestructuras de WO<sub>x</sub> para interactuar y desactivar eficazmente los agentes virales. La combinación de la morfología rugosa y porosa con la estructura cristalina bien definida proporciona múltiples sitios de unión y reacción para los virus, lo que aumenta la eficiencia de la captura y la inhibición viral (Fig. 55).

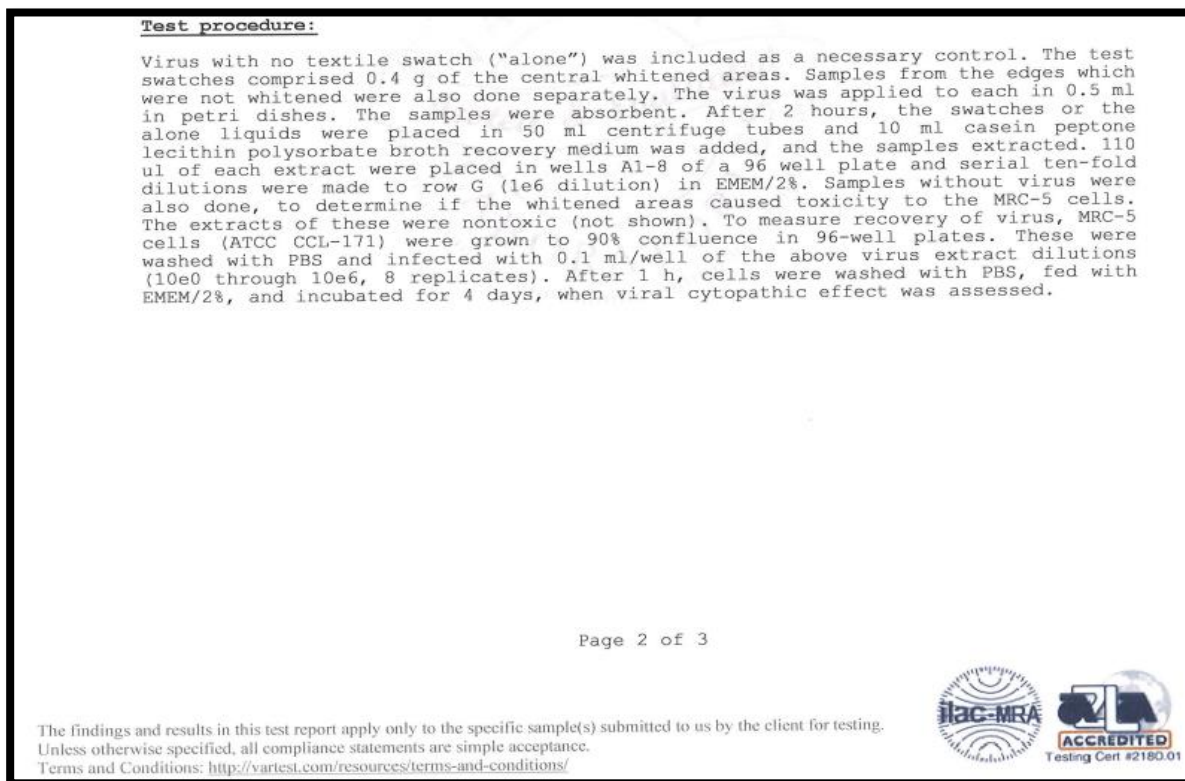


Figura 55 Reporte resultados ISO 18184 [117].

Además, se observó que las nanoestructuras de WO<sub>x</sub> exhiben una mayor estabilidad y durabilidad en comparación con otros materiales antivirales (Fig. 56), aun cuando el resultado de reducción del coronavirus OC43 fue del 40% (debido a que solo fue funcionalizada la tela y no todo el sustrato ver Figura 57 esto garantiza una eficacia de inhibición de este tipo de coronavirus con la propuesta de WO<sub>x</sub>).

**ISO/IEC 17025 Third Party Test Report**

FILE: VOLMEX.A121423A  
PO #: 459016337

**SAMPLE IDENTIFIED BY CLIENT AS:**

Fabric Submitted  
Manufacturer: Veluxmagen  
Style #: KPC V66G4C8TJHPS/OC 4590176337-NY 2 & NY 3  
Color: BLACK

SAMPLE	TISSUE CULTURE INFECTIOUS DOSE 50%/0.1 ML	AVERAGE	% OC43 REDUCTION
Control Alone 1	13,335	29,396	
Control Alone 2	18,620		
Control Alone 3	56,234		
VOLMEX.A121423A WHITE SPECIMEN 1	3,162	17,522	40%
VOLMEX.A121423A WHITE SPECIMEN 2	31,622		
VOLMEX.A121423A WHITE SPECIMEN 3	17,782		
VOLMEX.A121423A EDGE SPECIMEN 1	31,622	24,414	17%
VOLMEX.A121423A EDGE SPECIMEN 2	31,622		
VOLMEX.A121423A EDGE SPECIMEN 3	10,000		

Signed For The Company By

*Joseph Lin*  
Joseph Lin  
Laboratory Manager



*Ashik Faisal*  
Ashik Faisal  
Technical Director

ME/12

Page 3 of 3

The findings and results in this test report apply only to the specific sample(s) submitted to us by the client for testing.  
Unless otherwise specified, all compliance statements are single acceptance.  
Terms and Conditions: <http://vartest.com/resources/terms-and-conditions/>



Figura 56 Reporte resultados ISO 18184 [117].

Los resultados favorables de las nanoestructuras de WO<sub>x</sub> en el rendimiento antiviral sobre fibras de poliéster funcionalizadas por la técnica HFCVD ofrecen nuevas perspectivas en el desarrollo de materiales antivirales eficaces y duraderos.

Para el futuro, se requiere una investigación adicional para comprender mejor los mecanismos subyacentes detrás de la actividad antiviral de las nanoestructuras de WO<sub>x</sub> y para optimizar aún más su diseño y rendimiento.

Además, es fundamental explorar aplicaciones prácticas de estos materiales en entornos clínicos, industriales y domésticos para abordar los desafíos actuales en salud pública y seguridad viral.

Es importante destacar que estos resultados son prometedores y sugieren la eficacia del tratamiento con WO<sub>x</sub> en la fibra de poliéster contra el coronavirus humano OC43. Sin embargo, es necesario realizar más investigaciones y pruebas para validar estos resultados y comprender completamente el alcance y la durabilidad de la actividad antiviral del material tratado.

Estos hallazgos pueden contribuir al desarrollo de materiales textiles más seguros y efectivos para combatir la propagación de virus en diversas aplicaciones y entornos. Dentro de la investigación y búsqueda de información hasta marzo 2024 es importante destacar nuevamente que existe una notable falta de información respecto a la evaluación del rendimiento antiviral específico del WO<sub>x</sub> en relación con ciertos virus, específicamente con el coronavirus humano OC43 (HCoV-OC43).

El HCoV-OC43 es una cepa de coronavirus humano que puede causar infecciones respiratorias, y entender cómo interactúa con materiales como el WO<sub>x</sub> es crucial, especialmente en el contexto actual de pandemia global. A pesar de ello, hasta la fecha, la literatura científica proporciona escasa o nula información sobre la eficacia del WO<sub>x</sub> en la inhibición del HCoV-OC43.

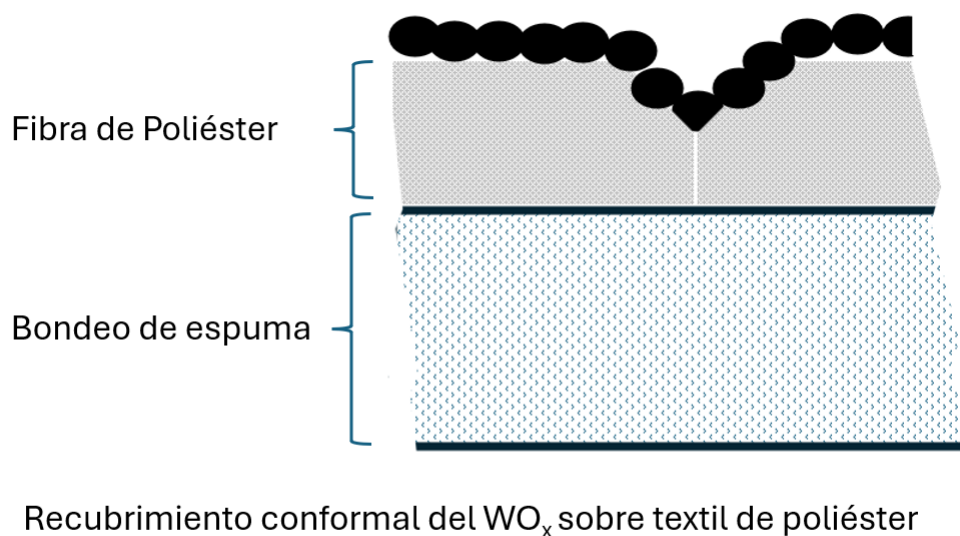
Esta falta de datos representa una brecha significativa en nuestro conocimiento sobre las propiedades antivirales del WO<sub>x</sub> y su potencial aplicación en la lucha contra enfermedades virales, incluyendo aquellas causadas por coronavirus.

La ausencia de estudios específicos sobre la capacidad del WO<sub>x</sub> para combatir el HCoV-OC43 limita nuestra comprensión de su utilidad en este contexto y obstaculiza el desarrollo de estrategias efectivas para combatir la propagación de virus respiratorios.

Por lo tanto, es imperativo que se realicen investigaciones adicionales y estudios rigurosos para evaluar el rendimiento antiviral del WO<sub>x</sub> sobre el HCoV-OC43. Estos estudios podrían abordar cuestiones clave, como los mecanismos de acción antiviral del WO<sub>x</sub>, su eficacia en la prevención de la infección viral y su potencial para reducir la transmisión del virus en entornos clínicos y comunitarios.

De la prueba de actividad antiviral del Coronavirus Humano (OC43), se obtuvieron resultados del 40% de efectividad antiviral, lo cual es muy alentador ya que solo fue funcionalizado el sustrato textil del compuesto, es decir solo se funcionalizó con WO<sub>x</sub> la cara superior del textil (únicamente la fibra de poliéster) ver [Figura 57](#), este resultado abre la opción a continuar investigando las

propiedades antivirales del  $WO_x$  sobre textiles también como compuestos e incrementar el porcentaje de efectividad.



*Figura 57 Representación del recubrimiento conformal de óxido de tungsteno nanoestructurado sobre tela de poliéster.*

#### 4.8 Mecanismo antibacterial del $WO_x$

Se ha mostrado en la literatura que el rendimiento biocida de los nanomateriales basados en óxido metálicos nanoestructurados dependen en gran medida de sus dimensiones nanométricas, concentración y de sus propiedades fotocatalíticas.

El mecanismo biocida de estos materiales aún no es claro, sin embargo, ya se dispone de más resultados para su explicación y que está relacionado con; (i) daño de la pared y membrana celular, (ii) penetración el material nanométrico dentro del microorganismo y (iii) estrés oxidativo. Recientemente se ha demostrado que el mecanismo antibacterial de nanopuntos de  $WO_x$  se debe a la inducción de estrés a la membrana celular potenciada por sus propiedades fotocatalíticas [69].

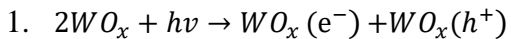
Estos resultados fueron observados mediante SEM y HR-TEM y confirmados mediante simulaciones de dinámica molecular (MD) y espectroscopia de resonancia de espín electrónico (ESR). Ellos mostraron que los nanopuntos se adsorben reversiblemente en la membrana dentro de unas pocas decenas de nanosegundos acumulándose progresivamente en su superficie.

Posteriormente, los nanopuntos se enlazan directa o indirectamente sobre la membrana a través del agua que actúa como puente de enlace. No observaron permeación de los nanopuntos dentro de la membrana a tiempos más largos.

Los análisis de energía mostraron que el enlace entre el nano punto y la membrana es impulsado por interacciones coulómbicas. En consecuencia, la adsorción de los nanopuntos de  $WO_x$  puede interferir con las funciones de la membrana o incrementar la actividad de las especies reactivas de oxígeno, las cuales fueron detectadas en el espectro de ESR.

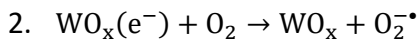
Concluyendo en esta última situación que, la actividad biocida del  $WO_x$  puede ser atribuido a la generación de las especies reactivas de oxígeno foto inducidas.

El mecanismo de foto-inactivación de la *E. coli* y *P. aeruginosa* en presencia del  $WO_x$  consiste en los siguientes pasos y esquematizan en la [figura 58](#). Cuando el  $WO_x$  es irradiado con la luz visible, los fotones son absorbidos dando lugar a pares electrón-hueco fotogenerados promoviendo la excitación de un electrón ( $e^-$ ) desde la banda de valencia hacia la banda de conducción dejando atrás en la banda de valencia la creación de un hueco ( $h^+$ ).

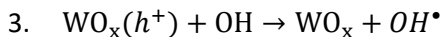


En donde  $hv$  se refiere a la energía de la radiación.

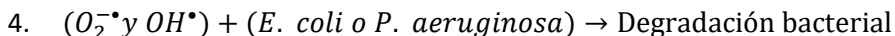
Los electrones fotogenerados migran a la superficie del  $WO_x$  en donde son atrapados por el oxígeno molecular ( $O_2$ ) para producir un anión radical superóxido ( $O_2^{\cdot-}$ ).



Los huecos fotogenerados en la banda de valencia ( $WO_x(h^+)$ ) son atrapados por hidroxilos superficiales para formar radicales hidroxilos ( $OH^{\cdot}$ ).



Dependiendo de la cantidad de los iones radicales superóxidos o de los radicales hidroxilos que se producen en la superficie que entran en contacto con la bacteria, será la eficiencia antibacterial del  $WO_x$ .



La cantidad de enlaces de oxígeno en el agua y el estado O-H es crucial para tener un efecto antibacterial. Se ha mostrado que más estados O-H y más porcentaje de oxígeno en el componente de agua crea un ambiente más hidrófilo que conduce a una alta actividad antibacteriana.

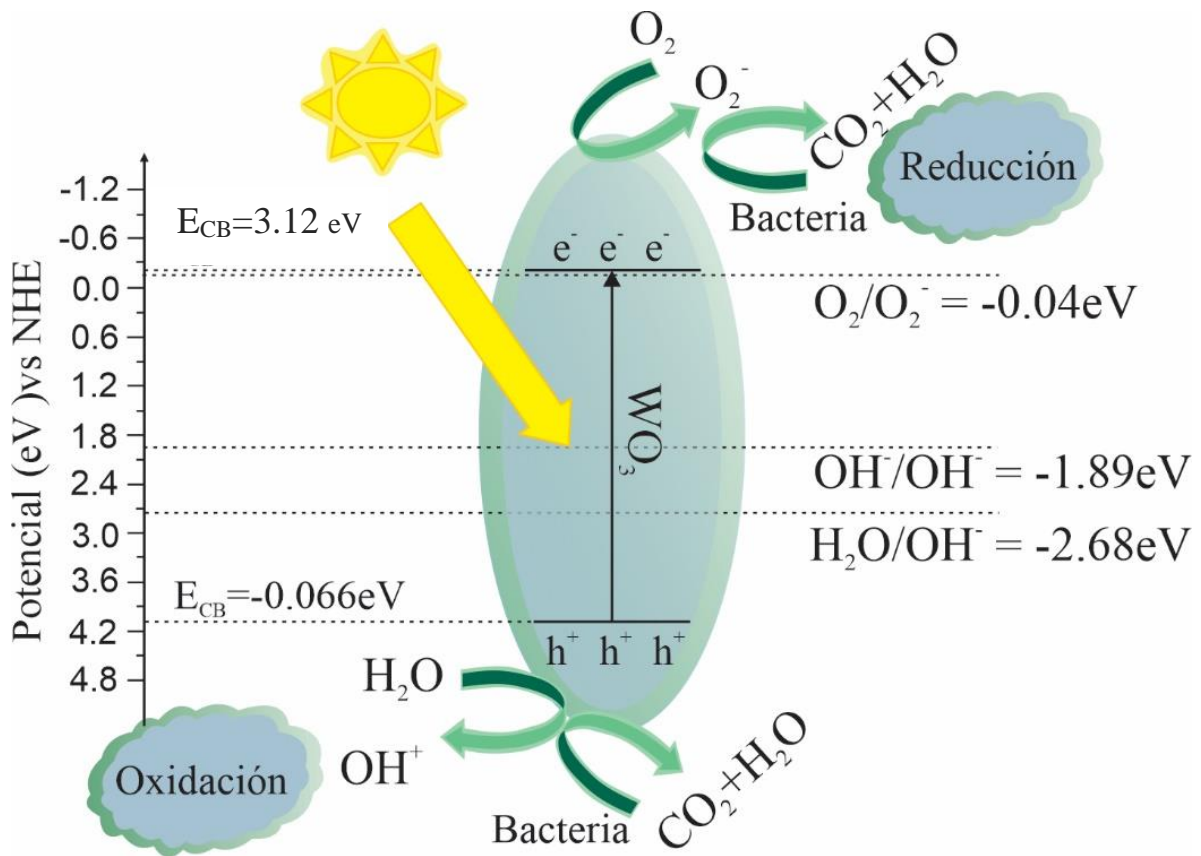


Figura 58 Diagrama esquemático que describe el mecanismo de la actividad antibacterial del  $WO_x$ . [118].

Se ha mostrado que una mayor cantidad de enlaces de oxígeno y estados O-H repercute directamente en el efecto antibacterial debido a que un mayor porcentaje de agua crea un ambiente hidrofílico propicio a una alta actividad antibacterial [69].

## 4.9 Mecanismo antiviral del WO<sub>x</sub>

Recientemente, el WO<sub>3</sub> ha mostrado ser otro óxido metálico de transición fotoactivo que presenta altas posibilidades para inhibir virus altamente contagiosos SARS CoV-2.

En relación con el mecanismo antiviral de WO<sub>3</sub> su eficacia reside de sus propiedades fotocatalíticas que dan lugar a un gran número de especies reactivas intermedias de oxígeno (ROS) que afectan a las proteínas, los lípidos, el ARN genómico y los ácidos nucleicos.

A este respecto, muy recientemente, Ghezzi et al. utilizaron al WO<sub>3</sub> fuertemente oxidativo como desinfectante para aumentar la eficacia del proceso fotocatalítico. Los estudios cinéticos del CoV-2 mostró que efectivamente la foto activación del WO<sub>3</sub> rápidamente inhibe a los virus casi del 100 % después de 30 minutos de reacción mediante una cantidad detectable de ARN genómico viral.

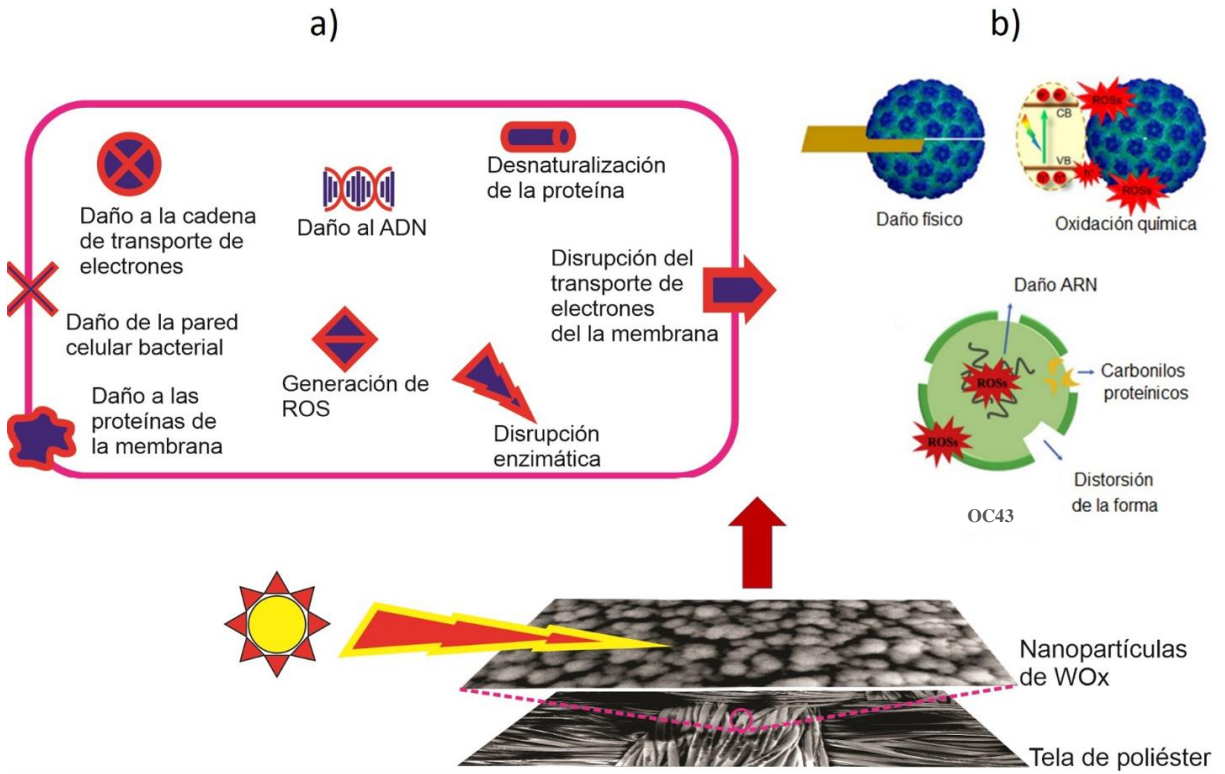
La cinética de la desinfección antiviral es más compleja que los que suelen encontrarse para la degradación de contaminantes químicos mediante fotocatalisis, debido a la relación poco clara entre la estructura química del virus tras la oxidación, así como a los complicados y desconocidos mecanismos de reparación viral. Por lo tanto, la actividad fotocatalítica para la degradación orgánica no puede extrapolarse a los procesos de desinfección viral.

Por otro lado, se ha encontrado cinéticas de inactivación es diferente para bacterias y virus (Fig. 59). El coronavirus OC43 fue más resistente que la bacteria *E. coli* al ataque oxidativo de las ROS generado a partir del fotocatalizador.

Lo anterior puede explicarse por la diferencia en las estructuras superficiales de las células bacterianas y partículas víricas. *E. coli* es una bacteria en forma de bastón con un tamaño de micrómetros y una estructura superficial compleja de lipopolisacáridos, peptidoglicanos y bicapas lipídicas. Incluso un ligero daño en la superficie bacteriana puede destruir sistemas metabólicos clave como la respiración. Sin embargo, el coronavirus OC43 es un virus de forma icosaédrica con un tamaño de nanómetros y una estructura superficial simple de proteínas de la cápside.

La cubierta de proteínas víricas es rígida y requiere una intensa oxidación para desnaturalizarse y de acuerdo con lo reportado en la literatura (estado del arte), podemos hipotetizar que el proceso típico de inactivación fotocatalítica del WO<sub>x</sub> al virus coronavirus humano OC43 en poliéster consta esencialmente de los siguientes tres pasos:

Contacto físico del WO<sub>x</sub> nanoestructurado ocasionando distorsión de la forma del virus, oxidación de la proteína de la cubierta del virus y fuga o daño del gen interno del virus [figura 59 b](#).



**Figura 59** Mecanismo biocida. a) Diagrama esquemático que describe el mecanismo antibacterial y b) antiviral del WO<sub>x</sub> [118].

# CAPITULO V

## 5.1 Conclusiones

Se mostró que la técnica HFCVD es viable, simple, escalable, reproducible y ecológica con alto potencial para recubrir fibras de poliéster con material nanoestructurado de  $WO_x$ .

Los resultados de SEM mostraron que los recubrimientos obtenidos sobre las fibras fueron homogéneos, conformales y sin la evidencia de precipitados o aglomeraciones macrométricas. Asimismo, se observó que en la superficie de las fibras el recubrimiento está conformado de aglomeraciones porosas con dimensiones en promedio de 600 nanómetros y con morfología tipo coliflor.

La medición de rayos-X que se obtuvo del recubrimiento sobre poliéster mostró solo un pico muy ancho y de baja intensidad, el cual no permitió la posibilidad de identificar con certeza la posición de los picos característicos del recubrimiento del  $WO_x$ , dado que, los picos característicos de este material se encuentran en el intervalo en  $2\theta$  de 10 a  $30^\circ$ , en consecuencia, esta medición permite concluir que el recubrimiento de  $WO_x$  es amorfo.

Las mediciones de TEM, confirmaron que las aglomeraciones observadas por SEM consisten nanopartículas distribuidas aleatoriamente embebidas dentro de una matriz amorfa, situación validada mediante la medición de la difracción de electrones en área selecta (SAED).

Los resultados de HRTEM permitieron identificar dominios nanocristalinos de forma cuasi-esférica y de dimensiones del orden de 5 nanómetros e inmersos dentro de la matriz amorfa. También, se identificaron dos planos cristalográficos a partir de la determinación de sus respectivas distancias interplanares, los cuales correspondieron al óxido de tungsteno.

La evaluación del ensayo Martindale al recubrimiento mostró excelente resistencia al desgaste después de 35,000 ciclos de abrasión, situación que fue validada por mediciones de SEM. Las buenas características de adherencia del recubrimiento por HFCVD permite inferir que durante el proceso de depósito sobre las fibras de poliéster se establecen las condiciones termodinámicas apropiadas para la formación de un enlace químico entre los grupos funcionales del poliéster, como los grupos (-OH), con la molécula precursora de los clústeres de  $WO_x$ , sin embargo, esta situación se debe verificar por técnicas de análisis químico de superficie.

Los resultados de exposición lumínica “Xenotest” de la fibra de poliéster funcionalizada con  $WO_x$  no presentó daños mecánicos (grietas, rupturas), físicos (cambios de tonalidad) sobre la superficie del sustrato después de 3 periodos de exposición a la luz UV, lo cual tiene una equivalencia a 3 años de vida útil dentro de la industria textil automotriz; es decir cumple ampliamente la expectativa contra envejecimiento a la radiación ultravioleta.

De los resultados de actividad antiviral del Coronavirus Humano (OC43), se obtuvieron resultados positivos y demuestran que el recubrimiento de óxido de tungsteno nanoestructurado sobre poliéster mediante la técnica HFCVD, presenta propiedades antivirales efectivas.

Este hallazgo sugiere su potencial aplicación en áreas donde se requiere un control de la proliferación viral; sin embargo, se requieren estudios adicionales para evaluar su desempeño en aplicaciones prácticas y para comprender completamente los mecanismos subyacentes de su actividad como agente antiviral.

## **5.2 Trabajos futuros**

De acuerdo con lo observado en esta investigación, es posible incrementar la eficiencia antiviral del recubrimiento de  $WO_x$  sobre textiles, mediante la optimización de la técnica de síntesis HFCVD, por tal motivo es conveniente identificar los parámetros óptimos.

Adicionalmente, se puede explorar la funcionalización al 100%; es decir la superficie de las fibras, el bondeado y el soporte textil, para extender la investigación con otras bacterias y virus.

Finalmente, es conveniente realizar en futuros estudios, la curva dosis-respuesta.

## Bibliografía

- [1] R. M. Kozłowski, «Introduction to natural textile fibres,» 31 January 2020. [En línea]. Available: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818398-4.00001-3>.
- [2] N. Srivastava, «Coronaviruses: Methods and Protocols,» 30 April 2020. [En línea]. Available: doi: 10.1007/978-981-15-4814-7\_11.
- [3] M. K. M. A. M. S. H. A. W. M. E.-N. A. G. M. R. N. Saleh, «"Antibacterial functionalization of cotton and cotton/polyester fabrics applying hybrid coating of copper/chitosan nanocomposites loaded polymer blends via gamma irradiation",» *Journal of Biological Macromolecules*, pp. 183, 23-34, April 2021.
- [4] O. G. F. C. M. Cruz Leal, «"Study of the Thermal Annealing on Structural and Morphological Properties of High-Porosity A-WO<sub>3</sub> Films Synthesized by HFCVD",» *Nanomaterials*, September 2019.
- [5] T. M. S. M. Mostafa, «"Antiviral activity of algae biosynthesized silver and gold nanoparticles against Herpes Simplex (HSV-1) virus in vitro using cell-line culture technique",» *International Journal of Environmental Health Research*, p. 32, December 2022.
- [6] H. M. I. H. K. H. M. N. H. M. N. M. A. T. Hamouda, «"T. Hamouda, Hassan M. Ibrahim, H.H. Kafafy, Preparation of cellulose-based wipes treated with antimicrobial and antiviral silver nanoparticles as novel effective high-performance coronavirus fighter",» *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 181, pp. 990-1002, June 2021.
- [7] A.-N. N. I.-T. L. Humberto H. Lara, «"Mode of antiviral action of silver nanoparticles against HIV-1",» *J. Nanobiotechnol*, 2010, vol. 1, pp. 8-10, January 2010.
- [8] Z. Liu, «"Synthesis of tungsten oxide nanowires".», *ACS Applied Materials & Interfaces*, n° 1-2, pp. 179-182, April 2003.2018.
- [9] K. M. T. M. Y. Y. A. R. S. Sundararaj, «"Potent antiviral effect of silver nanoparticles on SARS-CoV-2".», *Biochemical and Biophysical Research Communications*, vol. 26, pp. 195-200, September 2020.

- [10] M. d. B. E. W. Jeroen Geurtsen, «"Genomics and pathotypes of the many faces of Escherichia coli",» *PubMed Central*, vol. 46, n° 6, November 2022.
- [11] P. Bosch, «"Polímeros con actividad biocida: Textiles y recubrimientos para minimizar la propagación de infecciones",» *Revista de plásticos modernos*, vol. 121, pp. 19-25, 2021.
- [12] A. K. P. S. V.-H. N. Q. V. L. R. S. C. M. H. S. T. P. R. V. Soni, «"Current perspective in metal oxide based photocatalysts for virus disinfection: A review",» *J. Environmental Managment*, April 2022.
- [13] M. C. Cortes, «"Recubrimiento de óxido de tungsteno por la técnica HFCVD para aplicaciones en textiles funcionales" Tesis de Maestría.,» BUAP, Puebla, Pue., 2021.
- [14] D. T. D. D. A. J. Z. S. Q.-Q. C. J. P. S. X.-T. Y. Guang-Lei Tan, «"Structures, morphological control, and antibacterial performance of tungsten oxide thin films",» *Ceramics International*, vol. 47, n° 12, pp. 17153-17160, June 2021.
- [15] A. K. P. S. V.-H. N. Q. V. L. R. S. C. M. H. S. T. P. R. Vatika Soni, «"Current perspective in metal oxide based photocatalysts for virus disinfection: A review",» *Journal of Environmental Management*, vol. 308, April 2022.
- [16] O. Manasreh, *Introduction to Nanomaterials and Devices*, New Jersey: John Wiley & Sons, November 2011, pp. 135-170.
- [17] G. W. S. C. Jeffrey Brinker, *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, New York: Academic Press, 2013.
- [18] L. Z. Xiaofeng Chen, «"Synthesis of Gold Nanoparticles and Functionalization With DNA for Bioanalytical Applications",» *Elsevier*, pp. 111-136, January 2019.
- [19] K. B. B. L. Feng Bai, «"Self-assembly of functional nanoscale materials",» *Chemical Reviews*, vol. 45, pp. 135-141, October 2020.
- [20] L. Sumio, «Helical microtubules of graphitic carbon,» *Nature*, vol. 354, pp. 56-58, November 1991.
- [21] R. G. D. D. Rakesh Vaid, «"Physical properties of carbon nanotubes and nanoribbons",» *ScienceDirect*, pp. 305-332, Januar 2022.

- [22] H. R. G. Bahareh Khodashenas, «"Synthesis of silver nanoparticles with different shapes",» *ScienceDirect*, vol. 12, n° 8, pp. 1823-1838, December 2019.
- [23] R. H. Z. A. A. Baughman, «"Carbon nanotubes the route toward applications",» *Science*, vol. 297, n° 5582, pp. 787-793, August 2002.
- [24] J. A. S. P. Ben Rogers, *Nanotechnology Understanding Small Systems*, Third Edition, Boca Raton: CRC Press, 2015.
- [25] S. M. s. Mahmoud- Nasrollahzadeh, *Interface Science and Technology*, Elsevier, February 2019.
- [26] L. Y. Wan, *Smart Textiles: Wearable Nanotechnology*, Scrivener Publishing LLC, November 2018.
- [27] O. A. E. Kamel, «"Applications of Nanotechnology in Textiles",» *ResearchGate*, May 2022.
- [28] I. C. Darrell H Reneker, «"Nanometre diameter fibres of polymer, produced by electrospinning",» *Nanotechnology*, vol. 7, p. 216, March 1996.
- [29] Z. L. Wang, «Fibras Sintéticas y Especiales,» 14 December 2023. [En línea]. Available: <https://todosobrelasfibrassinteticas.blogspot.com/2013/05/nanofibras.html>.
- [30] J. T. M. Y. X. Dan Li, «"Electrospinning: A Simple and Versatile Technique for Producing Ceramic Nanofibers and Nanotubes",» *Journal of the American Ceramic Society*, April 206.
- [31] D. X. Y. Li, «"Electrospinning of nanofibers: Reinventing the wheel",» *Advanced Materials*, August 2004.
- [32] T. E. Louise Deschênes, «"Bacteria-nanoparticle interactions in the context of nanofouling",» *Elsevier*, vol. 277, March 2020.
- [33] C. V. Luz Esmeralda Román, «Textiles Funcionalizad with Cooper Oxides: As Sustainable Option,» *MDPI*, vol. 14, July 2022.
- [34] I. A. Michael Ash, *Handbook of Textile Processing Chemicals*, Synapse Information Resources, Inc. , May 2001.

- [35] J. N. Chakraborty, *Fundamentals and Practices in Colouration of Textiles*, India: Woodhead Publishing, March 2010.
- [36] S. S. G. M. A. & G. S. Muthu, *Sustainability in the Textile and Apparel Industries*, Springer, 2020.
- [37] B. G. George M. Whitesides, «"Self-assembly at all scales",» *Science*, vol. 295, n° 5564, pp. 2418-2421, March 2002.
- [38] A. Luque, «"Procesos de sostenibilidad textil: éxito, o una nueva forma de contaminar bajo un paradigma amable",» *ResearchGate*, vol. 6, pp. 259-288, January 2019.
- [39] H. Q. A. M. Ali K. Yetisen, «"Nanotechnology in Textiles",» *ACS Publications*, vol. 10, pp. 3042-3068, February 2016.
- [40] J. & B. L. Morris, «"High-Performance Apparel",» *Woodhead Publishing Series in Textiles*, pp. 7-32, May 2018.
- [41] A. M. O. T. Aleksandar Subic, «"Sustainable design and environmental impact of materials in sports products",» *ResearchGate*, vol. 2, pp. 67-79, June 2010.
- [42] Katerynakon, «<https://www.deperu.com>,» February 2024. [En línea]. Available: <https://www.deperu.com/imagenes/547062040-nanofibras-ilustracion-3d-una-nueva-clase-de-materiales-generados-a-partir-de-diferentes.htm>.
- [43] D. Veit, «Polyester,» *Springer Link*, January 2022.
- [44] S. Andra, «Poliester,» 22 February 2013. [En línea]. Available: <https://poliester2tm2equipo.blogspot.com/2013/02/composicion-quimica-del-poliester.html>.
- [45] M. G. Firas Awaja, «"Progress in Polymer Science",» *ScienceDirect*, vol. 34, n° 9, pp. 948-968, September 2009.
- [46] E. R. W. S. D. B. R. Kenawy, «"The chemistry and applications of antimicrobial polymers: A state-of-the-art review",» *Biomacromolecules*, vol. 8, pp. 1359- 1384, May 2007.
- [47] S. S. Rehan Gulati, «"Antimicrobial textile: recent developments and functional perspective",» *Polymer Bulletin*, pp. 5748-5753, July 2021.

- [48] L. L. A. S. G. Marlene Lariza Andrade, «"Nanotubos de carbono:Funcionalización y aplicaciones biológicas",» *ResearchGate*, vol. 43, January 2012.
- [49] M. A. H. A. A. Muhammad Usman Munir, «"Coating of modified ZnO nanoparticles on cotton fabrics for enhanced functional characteristics",» *Springer Link*, vol. 19, pp. 467-475, September 2021.
- [50] A. K. D. I. N. V. C. & B. I. M. Rónavári, «"Biological activity of green-synthesized silver nanoparticles depends on the applied natural extracts: a comprehensive study",» *PubMed*, vol. 12, pp. 871-883, January 2017.
- [51] S. V. Rachel H. McQueen, «"Odor in textiles: A review of evaluation methods, fabric characteristics, and odor control technologies",» *Textile Research Journal*, vol. 90, pp. 9-10, October 2019.
- [52] A. L. O.N. Aguda2, «"Recent advances in functionalization of nanotextiles: A strategy to combat harmful microorganisms and emerging pathogens in the 21st century",» *Science Direct*, vol. 8, n° 6, June 2022.
- [53] B. S. F. B. Bizhan Malaekheh-Nikouei, «"The role of nanotechnology in combating biofilm-based antibiotic resistance",» *Journal of Drug Delivery Science And technology*, vol. 60, December 2020.
- [54] B. M. Breton Yannick, «"Applications des nanotextiles",» *Techniques de l'Ingénieur*, March 2021.
- [55] O. A. A. Y. Fatma Filiz Yildirim, «"Sustainable Antifungal and Antibacterial Textiles Using Natural Resources",» *Springer*, pp. 111-179, March 2020.
- [56] M. N.-u.-H. Tooba Ali, «"Next-generation functional nanotextiles—Prospects and challenges",» *Elsevier*, July 2023.
- [57] D. Schaumlöffel, «"Journal of Trace Elements in Medicine and Biology",» *Elsevier*, 2022.
- [58] G. Islam, «"Applications of nanotechnology in smart textile industry: A critical review",» *Journal of Advanced Research*, vol. 38, pp. 55-75, May 2022.
- [59] M. S. R. K. Jian Zhen Ou, «"Nanostructured Tungsten Oxide—Properties, Synthesis, and Applications",» *Advanced Functional Materials*, vol. 21, pp. 2175-2196, June 2011.

- [60] A. W. H. Cezarina Cela Mardare, «"Review on the Versatility of Tungsten Oxide Coatings",» *PSS*, vol. 216, April 2019.
- [61] A. K. S. Suresh Bandi, «"Review: Oxygen-deficient tungsten oxides",» vol. 56, pp. 6615-6644, January 2021.
- [62] F. G. Shan Cong, «"Tungsten Oxide Materials for Optoelectronic Applications",» *Advanced Materials*, August 2016.
- [63] -. W. S. M. Weil, «"The Beautiful Colours of Tungsten Oxides",» June 2013.
- [64] M. H. D. O. Ojo Samuel, «"WO<sub>3</sub>-based photocatalysts: A review on synthesis, performance enhancement and photocatalytic memory for environmental applications",» *Ceramics International*, vol. 48, n° 5, pp. 5845-5875, March 2022.
- [65] B. T. Jinlong Zhang, *Photocatalysis: Fundamentals, Material and Applications*, Singapore: Springer, 2018.
- [66] G. S. Ciara Byrne, «"Recent advances in photocatalysis for environmental applications",» *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 6, n° 3, pp. 3531-3555, June 2018.
- [67] P. J. E.-M. Maria C. Nevárez Martinez, «"Fotocatálisis: inicio, actualidad y perspectivas a través del TiO<sub>2</sub>",» *ResearchGate*, vol. 12, pp. 45-59, December 2017.
- [68] V. L. Á. M. C. V. J. L. S. B. & L. L. M. Gómez, «"Fabrication of Cu<sub>2</sub>MoS<sub>4</sub> decorated WO<sub>3</sub> nano heterojunction embedded on chitosan: Robust photocatalytic efficiency, antibacterial performance, and bacteria detection by peroxidase activity",» *Journal of Photochemistry and Photobiology*, vol. 226, January 2022.
- [69] K. E. M. Osazee Faithfulness O., «"The Urgent Need for Tungsten-Based Nanoparticles as Antibacterial Agents",» *Biomedical Materials & Devices*, October 2023.
- [70] R. C. Gao Yuan, «"Recent Advances in Antimicrobial Treatments of Textiles",» *Textile Research Journal*, vol. 78, pp. 60-72, January 2008.
- [71] P. A. Poornima Vijayan, «"Nanocoatings: Universal antiviral surface solution against COVID-19",» *PubMed*, February 2022.
- [72] K. Veerachandra, «"Using Photocatalyst Metal Oxides as Antimicrobial Surface",» *ResearchGate*, May 2017.

- [73] M. N. C. E. S. C. Tao Zhu, «"Nanostructured tungsten trioxide thin films synthesized for photoelectrocatalytic water oxidation: a review",» *PubMed*, vol. 14, n° 7, pp. 2974-2997, November 2014.
- [74] S. R. Amirreza Talaiekhosani, «"Recent advances in photocatalytic removal of organic and inorganic pollutants in air",» *Journal of Cleaner Production*, vol. 278, January 2021.
- [75] J. Z. Hua jin, «"Structural and electronic properties of tungsten trioxides: from cluster to solid surface",» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 130, pp. 103-114, July 2011.
- [76] H. X. L. Y. W. H. X. Y. & L. D. Han L., «"Study on optical and electrical properties of tungsten trioxide thin films",» *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, March 2019.
- [77] S. S. Pooja Shandilya, «"Properties, optimized morphologies, and advanced strategies for photocatalytic applications of WO<sub>3</sub> based photocatalysts",» vol. 428, April 2022.
- [78] A. Azeem, «"Synthesis of Tungsten Oxide nanorod",» *Journal of nanotechnology*, January 2016.
- [79] R. R. S. H. S. D. M. H. B. W. J. G. D. Riley L. W., «"Hemorrhagic colitis associated with a rare Escherichia coli serotype",» *PubMed*, vol. 24, pp. 681-685, March 1983.
- [80] Nanocreative, «Sciencephotolibrary,» 15 March 2024. [En línea]. Available: <https://www.sciencephoto.com/media/1003528/view/>.
- [81] J. P. N. James B. Kaper, «"Pathogenic Escherichia coli",» *PubMed*, February 2004.
- [82] R. N. Tim Durfee, «"The complete genome sequence of Escherichia coli DH10B: insights into the biology of a laboratory workhorse",» *PubMed*, April 2008.
- [83] Y. K. Erin Schirtzinger, «"Improving human coronavirus OC43 (HCoV-OC43) research comparability in studies using HCoV-OC43 as a surrogate for SARS-CoV-2",» *Journal Of Virological Methods*, vol. 299, January 2022.
- [84] Droit, «iStock,» May 2024. [En línea]. Available: <https://www.istockphoto.com/fr/photo/coronavirus-gm1203258553-345765593>.
- [85] B. W. McIntosh K., «"Growth in suckling-mouse brain of "IBV-like" viruses from patients with upper respiratory tract disease",» *Semantic Scholar*, December 1967.

- [86] A. K. P. S. Vatika Soni, «"Current perspective in metal oxide based photocatalysts for virus disinfection: A review",» *Elsevier*, vol. 308, April 2022.
- [87] H. A. C. E. C. S. P. Gaunt E. R., «"Epidemiology and clinical presentations of the four human coronaviruses 229E, HKU1, NL63, and OC43 detected over 3 years using a novel multiplex real-time PCR method",» *Journal of Clinical Microbiology*, August 2010.
- [88] J. R. B. Sofia Morfopoulou, «"Human Coronavirus OC43 Associated with Fatal Encephalitis",» *The New England Journal of Medicine*, vol. 375, August 016.
- [89] «"Methods for Synthesis of Nanoparticles and Fabrication of Nanocomposites",» *Synthesis of Inorganic Nanomaterials*, pp. 121-139, February 2018.
- [90] T.-C. J. James A. Oke, «"Atomic layer deposition and other thin film deposition techniques: from principles to film properties",» *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 21, pp. 2481-2514, December 2022.
- [91] Dreams, «es.dreamstime.com,» February 2024. [En línea]. Available: <https://es.dreamstime.com/>.
- [92] C. F. E. L. E. H.-P. C. Á.-C. O. G. R. P.-S. M. C.-L. F. Chávez, «"HFCVD and CSVT techniques working together to produce anostructured tungsten oxide",» *Materials Letters*, vol. volumen 62, n° 26, pp. 4191-4194, October 2008.
- [93] S. F. Hadiseh Rabiei, «"UV protection properties of workwear fabrics coated with TiO<sub>2</sub> nanoparticles",» August 2022.
- [94] AATCC, «AATCC 16 Colorfastness to Light,» Colorfastness to Light: Xenon Lamp Exposure, American Association of Textile Chemists and Colorists, N.C., September 2021.
- [95] ASTM, «Standard Practice for Operating Xenon Arc Light Apparatus for Exposure of Non-Metallic Materials,» Methods of exposure to laboratory light sources, 2005.
- [96] A. Volkswagen, «VW50105 / PV 1303: 2015-11,» Wolfsburg, 2015.
- [97] J. G. Martindale, «"Martindale Method of Abrasion and Pilling Testing ISO 12945-2:2020",» *Testex*, September 2022.

- [98] R. R. & W. J. Halliday D., Física para la ciencia y la tecnología, Cengage Learning Editores, 2017.
- [99] & C. C. B. Williams D. B., Transmission electron microscopy: a textbook for materials science, Springer Science & Business Media., 2009.
- [100] M. B. S., Textbook of Nanoscience and nanotechnology, Springer, 2013.
- [101] JEOL, «Japan Electron Optics Laboratory,» February 2024. [En línea]. Available: <https://www.jeol.com/>.
- [102] TESCAN, «TESCAN,» 2024. [En línea]. Available: <https://www.tescan.com/>.
- [103] & S. S. R. Cullity B. D., Elements of X-ray Diffraction, Prentice Hall, 2001.
- [104] P. S. B. R. B. B. R. B. S. Murty, Textbook of Nanoscience and Nanotechnology, India: Universities Press-IMM, 2013, pp. 149-175.
- [105] Panalytical, «Malvern Panalytical,» 2024. [En línea]. Available: <https://www.malvernpanalytical.com>.
- [106] M. W. K. Bauer A. W., «"Antibiotic susceptibility testing by a standardized single disk method",» vol. 45, n° 4, pp. 493-496, April 1966.
- [107] Microbelibrary, «Microbe online,» 2018. [En línea]. Available: <https://microbeonline.com/antimicrobial-susceptibility-testing-procedure-modified-kirby-bauer-method/>.
- [108] E. C. o. A. S. Testing, Breakpoint tables for interpretation of MICs and zone diameters, EUCAST, 2019.
- [109] O. I. d. Normalización, «Online Browsing Platform ISO,» 2024. [En línea]. Available: <https://www.iso.org/obp/ui/en/#iso:std:iso:18184:ed-2:v1:en>.
- [110] L. P. K. J. M. F. V.-O. W. B. R. J. M. W. K. van der Hoek, «"Identification of a new human coronavirus",» *PubMed*, pp. 368-373, April 2004.
- [111] W.-D. Lassner Erik, Tungsten Properties, Chemistry, Technology of the Element, Vienna: Springer Science, 1999.
- [112] C. Fernando, «"Preparation of self-organized porous tungsten oxide using HFCVD technique",» *Elsevier*, vol. 120, n° 1, March 2010.

- [113] & K. H. Reimer L., *Transmission electron microscopy: Physics of image formation*, Springer Science & Business Media, 2008.
- [114] F. C. C. F. R. P.-S. a. N. M. O. Goiz, «CSV T as a technique to obtain nanostructured materials: WO<sub>3</sub>-x,» *Journal of Nano Research*, vol. 9, pp. 31-37, February 2010.
- [115] ATCC, «*Escherichia coli* (Migula) Castellani and Chalmers,» 2009. [En línea]. Available: <https://www.atcc.org/products/25922>.
- [116] S. R. K. arslan Bashir, «"Multifunctional integration of tungsten oxide (WO<sub>3</sub>) coating: A versatile approach for enhanced performance of antibiotics against single mixed bacterial infections",» *Microbial Pathogenesis*, vol. 189, April 2024.
- [117] V. LABORATORIES, *Report ISO18184*, Nueva York, 2023.
- [118] M. L. Nicolas, «WO<sub>x</sub>,» ICUAP, Puebla, 2024.