



# Universidad Autónoma de Querétaro

Facultad de Ingeniería  
Ingeniería en Nanotecnología

“Evaluación de los materiales compósitos  
SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> para la industria textil”

Tesis

Que como parte de los requisitos para obtener el grado de  
Ingeniería en Nanotecnología

Presenta:

**Brandon Daniel Ortiz Pérez**

Dirigido por:

**Dra. Brenda Alicia Rosales Pérez**

SINODALES

---

Dra. Brenda Alicia Rosales Pérez

---

Firma de Supervisor

---

Dra. Karen Esquivel Escalante

---

Firma de Secretario

---

M. en C. Aldo Córdoba Guerrero

---

Firma de Vocal

---

Dr. Rodrigo Rafael Velázquez Castillo

---

Firma Suplente

Centro Universitario Querétaro

Querétaro, México.

Marzo de 2024



Dirección General de Bibliotecas y Servicios Digitales  
de Información



Evaluación de los materiales compositos SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>  
para la industria textil

**por**

Brandon Daniel Ortiz Pérez

se distribuye bajo una [Licencia Creative Commons  
Atribución-NoComercial-SinDerivadas 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

**Clave RI:** IGLIN-250877

## Agradecimientos

Me gustaría expresar mi más sincero agradecimiento a las siguientes personas e instituciones que han sido fundamentales para la culminación exitosa de esta tesis:

En primer lugar, estoy inmensamente agradecido con mis padres, hermanos, abuelos y toda mi familia por su apoyo, amor y aliento inquebrantables a lo largo de este viaje. Su confianza en mis habilidades ha sido una fuente constante de motivación y les debo mi más profundo aprecio.

Agradezco a la Universidad Autónoma de Querétaro por brindarme un ambiente académico enriquecedor y los recursos necesarios para desarrollarme como persona y estudiante holísticamente. El compromiso de la universidad con la excelencia en la educación ha jugado un papel fundamental en la formación de mis habilidades de investigación y crecimiento académico.

Un agradecimiento especial a mis supervisores, Dra. Alicia y Dra. Karen, cuya invaluable guía y tutoría han sido indispensables para el éxito de esta tesis. Su experiencia, retroalimentación constructiva y dedicación a mi desarrollo intelectual han sido fundamentales para refinar mi investigación y expandir mis horizontes.

También me gustaría extender mi gratitud a los miembros de mi comité/sínodo por su tiempo, experiencia y comentarios perspicaces durante la evaluación de esta tesis. Su crítica constructiva y su aliento han contribuido significativamente a la mejora de mi trabajo.

Finalmente, quiero agradecer a todos mis amigos y colegas que me han apoyado y animado a lo largo de este camino. Su camaradería y discusiones han enriquecido mi experiencia académica y me han ayudado a superar varios desafíos.

En conclusión, esta tesis no hubiera sido posible sin el apoyo y la guía de las personas e instituciones mencionadas anteriormente. Agradezco profundamente sus aportes y dedico este trabajo a cada uno de ellos.

## Resumen

La innovación de la industria textil se ha centrado en la funcionalización y tratamiento para la generación de textiles inteligentes, destacando las superficies superhidrofóbicas, que imitan el efecto loto, repeliendo el agua y los contaminantes para reducir el mantenimiento y mejorar la durabilidad. Los investigadores se han enfocado en métodos alternativos a la fluoración tradicional, donde el polidimetilsiloxano (PDMS), dióxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) y el dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) son materiales clave en este contexto, ya que mejoran las propiedades mecánicas e hidrofóbicas de los textiles centrándose en el respeto al medio ambiente y la durabilidad.

En la presente investigación se aborda la metodología para generar un recubrimiento textil mediante el composito  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  sintetizado por el método sol-gel acoplado a sonoquímica. El recubrimiento de  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  se aplicó a muestras de tejido de algodón mediante dos métodos; spray e inmersión, empleando dos concentraciones; recubrimiento concentrado (100%) y diluido 1:1 con etanol.

Para la caracterización del recubrimiento de  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  se llevó a cabo Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier de Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR) para el análisis de los grupos funcionales orgánicos y sus interacciones químicas. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) mostrando la morfología amorfa del composito  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  y espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS) demostrando la adhesión exitosa del recubrimiento de  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  en la superficie mediante los métodos de aplicación.

La hidrofobicidad de las muestras recubiertas con el composito  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  se evaluó mediante mediciones del ángulo de contacto (CA, por sus siglas en inglés). Además, se evaluaron las propiedades de repelencia mediante la norma AATCC-22 de repelencia al agua y la durabilidad ante 5 ciclos de lavado doméstico con la norma AATCC-61. En este sentido, nuestro recubrimiento de  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  demuestra propiedades deseables para la industria como autolimpieza, hidrofobicidad y durabilidad al demostrar su capacidad para conferir características hidrofóbicas con un CA promedio (para los 4 métodos) de  $148.4^\circ$  y una reducción de CA de 3.8 % posterior al lavado.

***Palabras clave — dióxido de silicio; dióxido de titanio; recubrimiento; hidrofóbico; textiles inteligentes***

## Abstract

The innovation in the textile industry has been centered on functionalization and treatment to generate smart textiles, highlighting superhydrophobic surfaces that mimic the lotus effect, repelling water and contaminants to reduce maintenance and improve durability. Researchers have concentrated on alternative methods to traditional fluorination, where polydimethylsiloxane (PDMS), silicon dioxide (SiO<sub>2</sub>), and titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>), enhancing the mechanical and hydrophobic properties of textiles while focusing on environmental respect and durability.

This research addresses the methodology for generating a textile coating using the SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> composite synthesized by the sol-gel method coupled with sonochemistry. The SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> coating was applied to cotton fabric samples using two methods; spray and immersion, employing two concentrations; concentrated coating (100%) and diluted 1:1 with ethanol.

For the characterization of the SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> coating, Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared Spectroscopy (ATR-FTIR) was carried out to analyze organic functional groups and their chemical interactions. Scanning Electron Microscopy (SEM) showed the amorphous morphology of the SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> composite, and Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) demonstrated the successful adhesion of the SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> coating on the surface using the application methods.

The hydrophobicity of the samples coated with the SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> composite was evaluated by contact angle (CA) measurements. Additionally, repellency properties were evaluated using the AATCC-22 water repellency standard and durability against 5 cycles of household washing with the AATCC-61 standard. In this regard, our SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> coating demonstrates desirable properties for the industry such as self-cleaning, hydrophobicity, and durability by showing its ability to confer hydrophobic characteristics with an average CA (for all four methods) of 148.4° and a CA reduction of 3.8% after washing methodology.

***Keywords—silicon dioxide; titanium dioxide; coating; hydrophobic, smart textiles***

## Índice

Agradecimientos .....	2
Resumen.....	3
Abstract.....	3
Índice .....	4
Índice de figuras.....	7
Índice de tablas .....	9
I. Introducción .....	10
II. Justificación .....	14
III. Problemática .....	16
IV. Fundamentación teórica .....	17
a) Superficies hidrofóbicas.....	17
b) Agentes hidrofóbicos .....	19
c) Sol-gel.....	20
d) Sonoquímica y cavitación acústica .....	23
e) Composito SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> .....	26
V. Antecedentes .....	28
VI. Hipótesis .....	30
VII. Objetivos.....	30
Objetivos específicos .....	30
VIII. Metodología.....	31
Síntesis del composito SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> .....	31
Evaluación del recubrimiento .....	32
Acondicionamiento de las muestras.....	32
Aplicación del recubrimiento.....	32
Medición de ángulo de contacto y de repelencia .....	33
Evaluación de durabilidad.....	34
Caracterización fisicoquímica.....	35
Evaluación de resistencia química .....	36
IX. Resultados .....	37

Evaluación del recubrimiento .....	37
Ángulo de contacto .....	37
Evaluación de pérdida de recubrimiento (AATCC-61) .....	38
Norma de repelencia al agua AATCC-22 ‘Water repellency: Spray Test’ .....	41
Evaluación morfológica y química .....	43
Microscopía electrónica de barrido (SEM) y Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS) .....	43
Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier y de Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR) .....	49
Evaluación de resistencia química .....	52
X. Conclusiones .....	56
XI. Perspectivas.....	59
XII. Referencias.....	60
Anexos .....	67

## Índice de figuras

<i>Figura 1 Esquema de ángulo de contacto en una superficie superhidrofóbica (A), hidrofóbica (B), hidrofílica (C) y superhidrofílica (S).....</i>	<i>17</i>
<i>Figura 2 a) Microestructura de una hoja de loto mediante SEM, b) muestra la nanoestructura. Obtenidas de: Costa et al. 2014. Finalmente, c) presenta la planta de loto donde se puede apreciar el efecto loto en su superficie (Licencia uso público). .....</i>	<i>19</i>
<i>Figura 3 Presenta el modelo tradicional de Young A), una gota de líquido en reposo sobre una superficie sólida y rodeado por un gas forma un ángulo de contacto característico CA. Si la superficie sólida es áspera, y el líquido está en contacto íntimo con las asperezas sólidos, la gota está en el estado Wenzel en B) y el estado de Cassie-Baxter se muestra en C). .....</i>	<i>19</i>
<i>Figura 4 Estructura química del PDMS. ....</i>	<i>20</i>
<i>Figura 5 Etapas del método sol-gel: Obtenida de Hierro y Pérez Cortés 2017.....</i>	<i>23</i>
<i>Figura 6 Espectro de frecuencias desde el infrasonido al ultrasonido. ....</i>	<i>24</i>
<i>Figura 7 Secuencia de fotografías de la generación de implosión mediante cavitación. Obtenida de: Lokar, Petkovšek, y Dular 2021.....</i>	<i>25</i>
<i>Figura 8 Representación esquemática de los efectos secundarios: (A) Microjet, (B) Formación de radicales y (C) onda de choque y microturbulencia en la cavitación ultrasónica. Obtenida de: Luo et al. 2015 y traducida al español. ....</i>	<i>25</i>
<i>Figura 9 Estructuras cristalinas de TiO<sub>2</sub>, rutilo (tetragonal, P42/mmm), brookita (ortorrómbica, Pbc<sub>2</sub>) y anatasa (tetragonal, I41/amd).....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 10 Diagrama de metodología de síntesis del composito SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>. ....</i>	<i>31</i>
<i>Figura 11 Muestras posterior al acondicionamiento, sometidas a luz UV para verificar que el detergente no posee abrillantador óptico. ....</i>	<i>32</i>
<i>Figura 12 Imagen representativa de la medición de ángulo de contacto de gotas de agua sobre la superficie de algodón recubierta con SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> mediante ImageJ.....</i>	<i>33</i>
<i>Figura 13 Patrón de repelencia AATCC 22-2006 (A) y esquema del sistema de evaluación (B). ....</i>	<i>34</i>
<i>Figura 14 Patrones después de la norma AATCC 61, A) INM 100, B) INM 1:1, C) SP 100 y D) SP 1:1 con sus respectivos resultados de acuerdo con el patrón cualitativo.....</i>	<i>41</i>
<i>Figura 15 Micrografía de SEM de muestra control de algodón sin recubrimiento. ....</i>	<i>43</i>
<i>Figura 16 Micrografía de SEM de muestra recubierta INM 100 antes A) y después de la norma AATCC-61 B).....</i>	<i>44</i>
<i>Figura 17 Micrografía de SEM de muestra recubierta INM 1:1 antes A) y después de la norma AATCC-61 B) .....</i>	<i>45</i>
<i>Figura 18 Micrografía de SEM de muestra recubierta SP 100 antes A) y después de la norma AATCC-61 B) .....</i>	<i>45</i>
<i>Figura 19 Micrografía de SEM de muestra recubierta de SP 100 ampliada en × 500. ....</i>	<i>46</i>
<i>Figura 20 Imágenes de mapeado EDS (×1500) de muestra control de algodón sin recubrir.....</i>	<i>47</i>
<i>Figura 21 Imágenes de mapeado EDS de la muestra INM:100 A) antes y después de la norma de lavado AATCC-61 B). ....</i>	<i>48</i>
<i>Figura 22 Imágenes de mapeado EDS de la muestra recubierta mediante SP100 A) antes de lavado y B) después de la norma AATCC-61. ....</i>	<i>48</i>
<i>Figura 23 Espectro de FTIR-ATR de la muestra de algodón sin recubrimiento SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>. ....</i>	<i>49</i>
<i>Figura 24 Espectros FTIR-ATR de las muestras de algodón recubiertas con el composito SiO<sub>2</sub>-TiO antes y después de la norma de AATCC 61, A) SP 100, B) SP 1:1, C) INM 100 y D) INM 1:1 (ver Tabla 1) .....</i>	<i>51</i>
<i>Figura 25 FTIR-ATR de muestra de fibra de celulosa pura, el algodón tiene una composición de 95-98% de celulosa. Donde existen es posible apreciar las señales características en 3300 cm<sup>-1</sup>, 1000 cm<sup>-1</sup> y 2900 cm<sup>-1</sup>. Obtenida de: Testoni et al. 2023.....</i>	<i>52</i>



*Figura 26 Muestras después de la evaluación de resistencia química A) Spray 100%, B) Spray 1:1, C) Inmersión 100%, D) Inmersión diluida, E) Blanco.....53*

*Figura 27 Corrosión después de la evaluación resultado del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el blanco sin recubrimiento. ....55*

## Índice de tablas

Tabla 1 Nomenclatura para las muestras de algodón recubiertas de SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> . .....	33
Tabla 2 Sustancias a evaluar y sus concentraciones en v/v.....	36
Tabla 3. Evaluación del CA de los diferentes métodos de aplicación del recubrimiento SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> empleando el Software ImageJ antes y después de la norma de lavado AATCC-61. ....	38
Tabla 4 Evaluación de pérdida de recubrimiento de SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> en muestras de algodón de 6X2 pulgadas (dicho peso está incluido), antes y después de ser sometido a la norma de lavado acelerado AATCC 61. ....	40
Tabla 5 Resultados de las pruebas de resistencia química de las muestras de algodón recubiertas con el recubrimiento SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> . .....	53
Tabla 6 Tiempos acumulados de las pruebas de resistencia química de las muestras de algodón recubiertas con el recubrimiento SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> . .....	54
Tabla 7 Tabla con nomenclatura de los distintos métodos para recubrir con SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> para la caracterización por microscopía electrónica de barrido. ....	67

## I. Introducción

La industria textil ha sido una parte esencial de la civilización humana, con una rica historia que se remonta a miles de años atrás. Desde el uso temprano de fibras naturales hasta la producción moderna de telas sintéticas, los textiles han evolucionado continuamente para satisfacer las demandas cambiantes de la sociedad. En tiempos recientes, la aparición de textiles inteligentes y funcionales ha provocado un cambio de paradigma, integrando tecnologías avanzadas en las telas para crear materiales de alto rendimiento con capacidades multifuncionales (Baker 2018).

Hace 5.000 años, países como EE. UU., India, China, Turquía, Pakistán, Brasil y otros han producido algodón, que es una fibra natural importante. A medida que avanzaba la fabricación, se introdujeron varias fibras artificiales como el poliéster, para su uso en artículos textiles tradicionales, sin embargo el algodón sigue siendo el más popular para su uso en prendas de vestir y productos para el hogar (Anderson y Beckert 2017).

El algodón ha mantenido una preponderancia en el mercado, debido a sus propiedades, como resistencia, suavidad, absorbencia, capacidades de teñido e impresión, comodidad y permeabilidad al aire. En el año 2018, poseía una participación de mercado del 39,47 % como materia prima en productos textiles; sin embargo, la innovación tecnológica no ha permeado en esta industria sustancialmente (Uddin 2019).

De aquí surge una necesidad crucial de preservar prendas duraderas y minimizar la generación de residuos. Por lo tanto, ha comenzado una nueva revolución en la industria textil con el surgimiento de tecnologías novedosas que pueden agregar funciones y propiedades únicas a los tejidos, como textiles inteligentes y textiles funcionales de alto rendimiento, con propiedades excepcionales como resistencia al calor, antibacterianas, repelencia al líquido, impermeabilidad o resistencia al viento, transpirabilidad y transporte de humedad. Estas propiedades se han optimizado con solidez al color, resistencia a la abrasión, calor y frío (Joshi y Bhattacharyya 2011).

De esta manera, los nanomateriales desempeñan un papel destacado en la mejora de las propiedades de las superficies textiles en comparación con los textiles tradicionales (Wang et al. 2021).

Los textiles funcionales adquieren sus propiedades específicas a través del material, la composición, la construcción o el acabado (por ejemplo, añadiendo aditivos o recubrimientos). Por otro lado, existe una clase emergente de textiles, llamados textiles inteligentes, capaces de percibir estímulos del entorno, reaccionar y adaptarse. Los textiles inteligentes, también conocidos como textiles electrónicos o e-textiles, son tejidos o prendas que contienen componentes digitales, sensores y computación incorporados en su estructura, lo que permite integrar la tecnología en los textiles cotidianos. De esta forma se pueden generar textiles funcionales utilizando productos tradicionales; sin embargo, los textiles inteligentes pueden tener propiedades intrínsecas diferentes a las convencionales (Ismar et al. 2020). La ropa inteligente es una combinación de textiles funcionales e inteligentes y se clasifica en las siguientes categorías: (i) Textiles inteligentes pasivos que solo miden el medio ambiente, (ii) Textiles inteligentes activos que perciben estímulos del entorno y reaccionan, y (iii) Ropa inteligente que mide, reacciona y se adapta al entorno (Ismar et al. 2020).

Algunos ejemplos de ropa inteligente son capaces de prevenir olores, proporcionar aislamiento térmico regulable, ropa con protección contra la radiación UV, entre otros. En general, la hidrofobicidad es una propiedad deseable en los textiles funcionales.

Los nanomateriales se han utilizado para introducir de manera sostenible propiedades antimicrobianas, resistencia a los rayos ultravioleta (UV), conductividad eléctrica, ópticas, hidrofóbicas y retardantes de llama en textiles. Los dispositivos inteligentes basados en nanomateriales ahora también se están integrando con los textiles para realizar diversas funciones, como la recolección y el almacenamiento de energía, la detección, la liberación de medicamentos y la óptica (Chakrabarty y Jasuja 2022). Estos avances han encontrado diversas aplicaciones en la industria de la moda y se están desarrollando para un uso más profundo en aplicaciones de defensa, atención médica y captación de energía en el cuerpo (Shah et al. 2022).

Las superficies hidrofóbicas han sido ampliamente estudiadas, su interés tiene origen en el "efecto loto", que recibe su nombre de las hojas de la planta de loto que, al contacto con el agua, forman gotas casi perfectamente esféricas denotando propiedades extraordinarias de repelencia al agua (Ding, Dorao, y Fernandino 2022).

Las superficies superhidrofóbicas se caracterizan por un ángulo de contacto de agua estático (CA) superior a  $150^\circ$  y un ángulo de deslizamiento dinámico (SA) inferior a  $10^\circ$ . Estas superficies poseen propiedades excepcionales como autolimpieza, separación de aceite-agua, resistencia al hielo, corrosión e incrustaciones, lo que las hace adecuadas para diversas aplicaciones en ingeniería de superficies, ingeniería de alimentos, conversión fototérmica, control microfluídico y más (Wei y Niu 2023).

Estos encuentran sus ventajas en sus excepcionales propiedades hidrofóbicas, minimizando eficazmente la adherencia y penetración de las gotas de líquido. La aplicación de estos recubrimientos en textiles ha ganado una atención significativa gracias a sus características distintivas, como autolimpieza, antiincrustantes, antibacterianas, anti-UV y antiestáticas (Shang et al. 2021).

La incorporación de nanorecubrimientos, específicamente compuestos de  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ , en textiles ha surgido como un enfoque prometedor para lograr propiedades hidrofóbicas superiores. La naturaleza nanoestructurada de estos recubrimientos confiere características únicas a los textiles, permitiendo una mayor repelencia al agua al tiempo que se conserva la transpirabilidad y se mantienen las cualidades inherentes de la tela de algodón (Wang et al. 2024).

Las propiedades del compuesto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  tales como; baja toxicidad, hidrofobicidad, autolimpieza, fotocatalisis y bajo costo, establecen un material sumamente atractivo como recubrimiento, con perspectivas de generar textiles funcionales con características únicas. No obstante, el terreno de investigación de este compuesto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  en superficies, aún es amplio y con gran potencial (Wang et al. 2024).

Esta investigación tiene como objetivo el estudio del composito de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  mediante el método sol-gel acoplado a sonoquímica y evaluar sus propiedades hidrofóbicas y de durabilidad, en perspectivas de su potencial aplicación en el sector textil como recubrimiento.

## II. Justificación

La industria de fabricación textil ha agravado la problemática debido al surgimiento del ‘fast-fashion’, que amenaza los recursos naturales incrementando la producción, lo que genera que se deseché rápidamente por el consumidor por la subsecuente reducción de calidad y por el fabricante para seguir las tendencias del mercado (Niinimäki et al. 2020). Especialmente, la contaminación del agua causada por productos químicos, tintes y desechos sólidos depositados en vertederos o incinerados. Así como de la contaminación del suelo, las industrias de la moda y el calzado son responsables del 10 % de las emisiones totales de gases de efecto invernadero (GEI), más que la contaminación generada por las industrias internacionales de aviación y marítima combinadas ([European Parliament 2020](#)).

La industria textil y de la moda de manera inverosímil es una de las más contaminantes, siendo la mayor consumidora de agua, con 79 billones de litros de agua al año, además de poseer del 8-10% del total de emisiones de CO<sub>2</sub> (4-5 billones de toneladas anuales) y un estimado de 62 millones de toneladas de productos textiles producidos al año. Todo lo anterior, acuciado por la industria del fast-fashion, y el innecesario consumismo de productos textiles (Niinimäki et al. 2020).

Asimismo, es relevante destacar el significativo interés económico suscitado en torno a esta industria en los últimos años. En particular, los recubrimientos superhidrofóbicos poseen una cuota de mercado global de 15 millones en el año 2022, es previsto que experimenten proyectándose un notable crecimiento de 26 % (CAGR), hasta alcanzar la cifra de 59 millones de dólares en el año 2028 (Precision Reports 2022).

Algunos reportes además sugieren que las empresas que ocupan la mayoría de la cuota del mercado son las siguientes: Artekya Ltd. (Turquía), NeverWet LLC. (Estados Unidos), Ultra Tech International, Inc. (Estados Unidos), Cytonix, LLC. (Estados Unidos), Aculon, Inc. (Estados Unidos), DryWired (Estados Unidos), Lotus Leaf Coatings Inc. (Estados Unidos), Pearl Nano LLC. (Estados Unidos), NEI Corporation (Estados Unidos) and NTT Advanced Technology Corporation (NTT-AT) (Japón) (Ghasemlou et al. 2019).

Este dato subraya la considerable atención y la expansión económica que favorece el desarrollo de estos recubrimientos con aplicaciones en sectores tales como la electrónica,

construcción, salud, transporte, debido a sus atributos funcionales que incluyen propiedades de autolimpieza, antihielo/antiempañamiento, separación de agua/aceite, antiadhesión a microbios y resistencia a la corrosión. En el contexto médico, por ejemplo, estos recubrimientos pueden adaptarse para preservar la limpieza de instrumentos quirúrgicos que con frecuencia entran en contacto con fluidos corporales y residuos de tejidos durante largos períodos cuya efectividad ha sido probada ante agentes infecciosos (Souza et al. 2022).

El panorama de los recubrimientos superhidrofóbicos presenta un potencial elevado, no obstante, la mayoría de los productos comercializados son fabricados con polímeros fluorados como teflón o polivinilos, altamente tóxicos y contaminantes. De aquí el creciente enfoque y el desarrollo de alternativas químicas, rentables, como polímeros naturales o recubrimientos basados en silicio para alcanzar la nueva generación de productos superhidrofóbicos. La durabilidad es un gran desafío al que se enfrentan estos productos, por ello, este trabajo busca desarrollar un recubrimiento basado en  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  aplicado en textiles que ofrezca propiedades como: hidrofobicidad, autolimpieza y resistencia química, con las cuales sería posible aumentar la durabilidad y con ello la vida útil de las prendas en general.



### III. Problemática

La manufactura de textiles tiene un alto impacto ambiental, impulsado por el auge de tendencias como el *fast-fashion*. Este fenómeno representa una seria amenaza a los recursos naturales, contribuyendo al 20 % de la contaminación global de la matriz agua a través de químicos y colorantes, así como la generación de residuos sólidos que son depositados en vertederos o incinerados. Además, genera el 35% de los micro plásticos liberados en el océano. Por otro lado, la industria de la moda y calzado es responsable del 10 % de las emisiones totales de gases de efecto invernadero (GEI); superando incluso a la industria aeronáutica y marítima internacional juntas. En cuestiones del consumo de agua, esta consume 215 billones de litros de agua al año, requiriendo para una sola prenda hasta 2700 litros, el equivalente a lo que bebe una persona en 2 años y medio (Anón 2020).

Por otro lado, la estructura porosa e hidrofílica de los textiles, son sustratos ideales para el crecimiento de patógenos, por lo tanto, la fabricación de textiles hidrofóbicos tiene el potencial de reducir su humedad y con ello el crecimiento bacteriano (Rilda et al. 2017).

Es por ello por lo que el recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  resulta tan novedoso, pues otorga las propiedades mecánicas del  $\text{SiO}_2$ , las propiedades fotocatalíticas del  $\text{TiO}_2$ , las propiedades del agente hidrofóbico, ofreciendo un textil repelente a líquidos, autolimpiable, resistente mecánica y químicamente.

Asimismo, es posible emplear el recubrimiento para aumentar la durabilidad de las prendas en general, impactando positivamente en la reducción de contaminación del agua, aire y disminución de residuos textiles.

## IV. Fundamentación teórica

### a) Superficies hidrofóbicas

La hidrofobicidad es la propiedad que poseen las superficies de no mojarse (repelerse) por el agua. La hidrofobia es un término que proviene del griego “hydro”, que significa agua, y “phobos”, que significa miedo (RAE s/f) (Rodrigues et al. 2023). Las sustancias hidrofóbicas están compuestas por moléculas no polares que repelen las moléculas de agua y atraen a otras moléculas neutras y a los disolventes no polares. Por definición, una sustancia no miscible en agua es hidrofóbica. La hidrofobicidad ocurre cuando la molécula no puede interactuar con las moléculas de agua por interacciones ion-dipolo ni mediante puentes de hidrógeno, como los hidrocarburos saturados (Jeevahan et al. 2018).

El CA es el término que hace alusión al ángulo formado entre la superficie de un líquido al entrar en contacto con un sólido. Este valor representa la relación entre las fuerzas adhesivas (sólido-líquido) y las fuerzas cohesivas del líquido. Cuando las fuerzas adhesivas superan a las cohesivas, el ángulo de humectación es menor de  $90^\circ$ , generando que el líquido moje o se absorba en la superficie. Si un líquido es atraído fuertemente por una superficie, la gota se extenderá completamente y el CA será menor a  $90^\circ$  (Shi et al. 2018).

En la Figura 1 se muestra un esquema del CA: cuando son hidrofílicos, el CA es menor a  $90^\circ$ , y su subdivisión, las superficies superhidrofílicas, tienen un ángulo menor a  $5^\circ$ . Si la superficie es hidrofóbica, el CA será superior a  $90^\circ$ . En el último caso, el CA será mayor a  $150^\circ$ , donde la gota de agua reposa sobre la superficie, pero no la moja ni tampoco se extiende sobre ella; a esta propiedad se le conoce como superhidrofobicidad (Akbari y Antonini 2021).

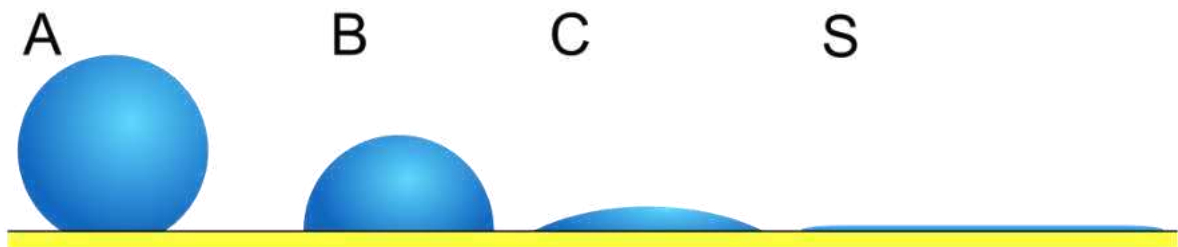


Figura 1 Esquema de 'ángulo de contacto en una superficie superhidrofóbica (A), hidrofóbica (B), hidrofílica (C) y superhidrofílica (S).

Un ejemplo destacado de superhidrofobicidad en la naturaleza, es la hoja de loto (*Nelumbo nucifera*), que fue objeto de interés por su capacidad de permanecer intacta a pesar de crecer en el fango, convirtiéndose en el modelo superhidrofóbico por excelencia. Barthlott y Neinhuis fueron pioneros en el estudio sobre la superhidrofobicidad de las hojas de loto y proporcionaron una mayor comprensión de este fenómeno (Barthlott 2023).

Este fenómeno, posteriormente conocido como ‘efecto loto’, se manifiesta en la superhidrofobicidad de las hojas de loto, lo que permite que las gotas de agua rueden fácilmente por la superficie, llevándose contaminantes consigo y demostrando el fenómeno de autolimpieza (Taurino et al. 2008). El cual es consecuencia del agua que crea puentes en las rugosidades de la superficie, reduciendo la energía superficial entre la hoja y el agua o las partículas de contaminantes permitiendo la remoción. (Marmur 2004)

La superhidrofobicidad de las hojas de loto se atribuye su superficie texturizada uniformemente con protuberancias y valles de tamaños de 3 a 10 mm, cubiertos con 70 a 100 nm de cristaloides de un material epicuticular similar a una cera hecho de una mezcla de hidrocarburos de cadena larga, como la porosidad y una sustancia parecida a la cera en la superficie de las hojas, que permiten combinar una baja energía superficial y rugosidad que potencian su comportamiento superhidrofóbico, mostrada en la Figura 2 (Barthlott 2023). Es importante denotar que este comportamiento no es exclusivo de las hojas de loto, debido a que se observa en diversas superficies naturales, incluidas las hojas de arroz (*Oryza sativa*) y taro (*Colocasia esculenta*), los ojos de los mosquitos, las alas de las mariposas, la piel de los tiburones y algunos insectos (Ghasemlou et al. 2019).

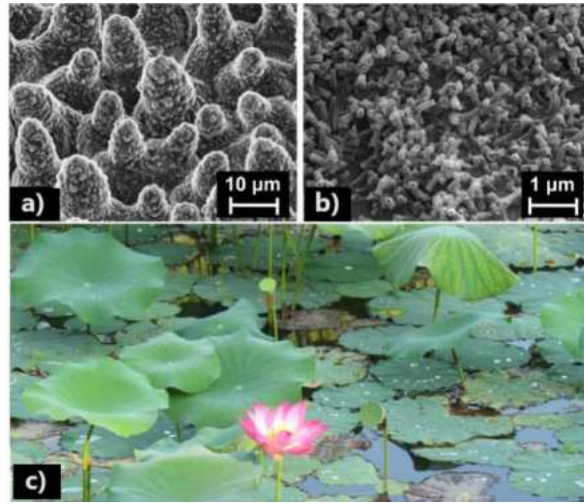


Figura 2 a) Microestructura de una hoja de loto mediante SEM, b) muestra la nanoestructura. Obtenidas de: Costa et al. 2014. Finalmente, c) presenta la planta de loto donde se puede apreciar el efecto loto en su superficie (Licencia uso público).

Además, existen dos enfoques predominantes en la construcción de superficies superhidrofóbicas artificiales; el desarrollo de estructuras micro/nanojerárquicas y la modificación de superficies utilizando materiales de baja energía superficial. Sin embargo, el uso de ambos enfoques resulta en un incremento en las propiedades de repelencia debido a la transición del estado de Wenzel al estado de Cassie-Baxter mostrado en la Figura 3 (Park et al. 2023).

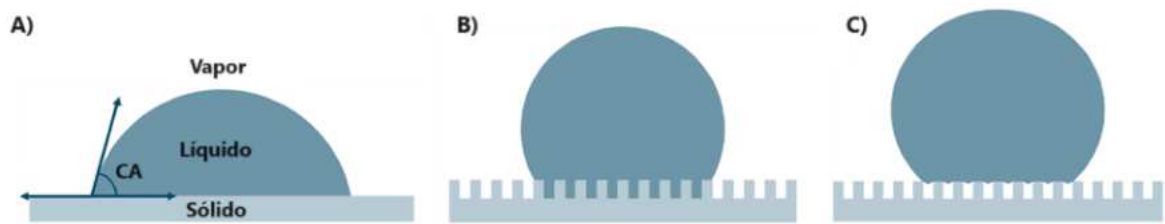


Figura 3 A) Modelo de Young, una gota estática sobre una superficie forma un CA característico. Si la superficie sólida es porosa, y el líquido está en contacto con dichos poros o rugosidades, la gota presenta el estado Wenzel en B) y el estado de Cassie-Baxter se muestra en C) donde la cohesión de las moléculas de agua supera a las de adhesión.

### b) Agentes hidrofóbicos

Uno de los agentes hidrofóbicos utilizados es el polidimetilsiloxano (PDMS), también conocido como dimeticona. El PDMS es un polímero lineal del dimetilsiloxano y pertenece

al grupo de compuestos de organosilicio, comúnmente denominadas siliconas, como se muestra en la Figura 4. Es ampliamente utilizado debido a su transparencia, inocuidad, estabilidad y no inflamabilidad. El PDMS se utiliza en una variedad de aplicaciones que van desde lentes de contacto hasta productos médicos, champús y recubrimientos. Este material forma una película protectora contra la humedad y el calor en la superficie en la que se aplica. (Höfer et al. 2000).

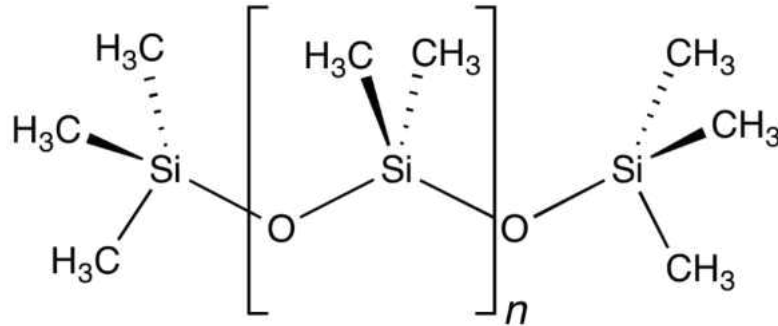


Figura 4 Estructura química del PDMS.

Los recubrimientos superhidrofóbicos en materiales textiles han experimentado avances significativos. El PDMS es un agente hidrofóbico ampliamente utilizado en estos recubrimientos, y los compuestos superhidrofóbicos se consideran materiales compuestos que combinan propiedades hidrofóbicas para lograr características superiores.

### c) Sol-gel

Dado el creciente interés en el desarrollo de superficies superhidrofóbicas apropiados para la industria, mediante métodos de bajo impacto económico y ambiental, el sol-gel para nuestro fin, se constituye como un método ideal para la preparación de recubrimientos de bajo costo, estables, robustos y transparentes (Pratiwi et al. 2020).

El método sol-gel es un proceso firmemente establecido para la producción de recubrimientos superhidrofóbicos. El proceso consiste en la conversión de monómeros en una solución coloidal (sol) que funciona como precursor de una red integrada de partículas discretas (gel) o polímeros reticulados. Los principales precursores son alcóxidos (Hench y West 2002). En este enfoque, moléculas diminutas de compuestos químicamente reactivos, conocidos como

precursores, se someten a un rápido proceso de hidrólisis, lo que da como resultado la generación de grupos hidroxilo activos. Esto, a su vez, culmina con la creación de una solución coloidal o sol que consiste en partículas sólidas submicrométricas de 1-100 nanómetros de diámetro dispersas en solución y el gel, es decir, una red rígida de poros submicrométricos y cadenas poliméricas ( $>1 \text{ um}$ ). Mismos que son secados y curados térmicamente (Brinker y Scherer 2010) (Djabourov 2020).

La tecnología sol-gel, con sus raíces en la antigua china con la preparación de tofu, ha evolucionado hasta convertirse en un poderoso método para crear materiales con homogeneidad a nivel molecular y propiedades físicas y químicas excepcionales. Este proceso adquirió especial importancia en el siglo XIX, cuando en 1846 Ebelmen descubre la formación de un gel al mezclar  $\text{SiCl}_4$ , etanol y aire húmedo y es capaz de observar la hidrólisis y la policondensación del TEOS; y con el tiempo, sus aplicaciones se expandieron a la fabricación de materiales al ser un método por sus bajas temperaturas contra los métodos tradicionales hasta llegar a la primera patente en 1939 para la preparación de recubrimientos de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{TiO}_2$  (Ben-Nissan et al. 2016).

La técnica ha tenido un uso generalizado desde la década de 1980, contribuyendo significativamente a la síntesis de materiales superconductores, cerámicas funcionales, materiales ópticos no lineales, catalizadores y más (Periyasamy et al. 2020).

Las características hidrofóbicas de un material son atribuidas a la presencia de numerosas estructuras nano-porosas, en este sentido, materiales como el  $\text{SiO}_2$  y el  $\text{TiO}_2$  han sido utilizados frecuentemente en el desarrollo de superficies superhidrofóbicas a través del método sol-gel (Yan et al. 2023).

El método sol-gel se ha consolidado como una técnica popular al no requerir altas temperaturas de síntesis, implicando costos bajos. Además, permite mantener un control preciso de la composición final del producto, control sobre la textura, tamaños y áreas superficiales. Inclusive, es una técnica ideal para dopajes, con pequeñas cantidades de material, como colorantes orgánicos y tierras raras que pueden insertarse en la suspensión coloidal (sol) y dispersarse uniformemente en el material final. Esto lo constituye como un

método popular y bien establecido, que provee muchas ventajas frente a otras rutas de síntesis por su flexibilidad y simplicidad para la síntesis de materiales a escala nanométrica o para generar recubrimientos (Navas et al. 2021).

En la técnica de sol-gel existen tres métodos principales que comparten las siguientes etapas de acuerdo con (Hench y West 2002) que para la fabricación de monolitos de sílice implica siete pasos clave. Aunque existen variaciones simplificadas de las mismas, como las mostradas en la Figura 5.

1. Mezcla: en el método 1, se forma una suspensión de partículas coloidales en agua, mientras que en los métodos 2 y 3, un precursor líquido de alcóxido se hidroliza al mezclarse con agua, dando lugar a reacciones de policondensación que forman una red de  $\text{SiO}_2$ .
2. Moldeado: la solución se vierte en un molde.
3. Gelación: donde las partículas coloidales y las especies de sílice se enlazan para formar una red tridimensional.
4. Envejecimiento: mantiene el objeto en un líquido durante horas o días, lo que aumenta la resistencia del gel.
5. Secado: elimina el líquido de la red de poros, evitando grietas mediante técnicas como la adición de surfactantes.
6. Deshidratación o estabilización química: elimina los enlaces silanol de la superficie, resultando en un sólido ultraporoso químicamente estable.
7. Densificación se logra mediante la eliminación de poros calentando el gel a altas temperaturas. Los procesos se enfocan particularmente en el método de alcóxido (método 3), que se lleva a cabo a presiones ambientales.

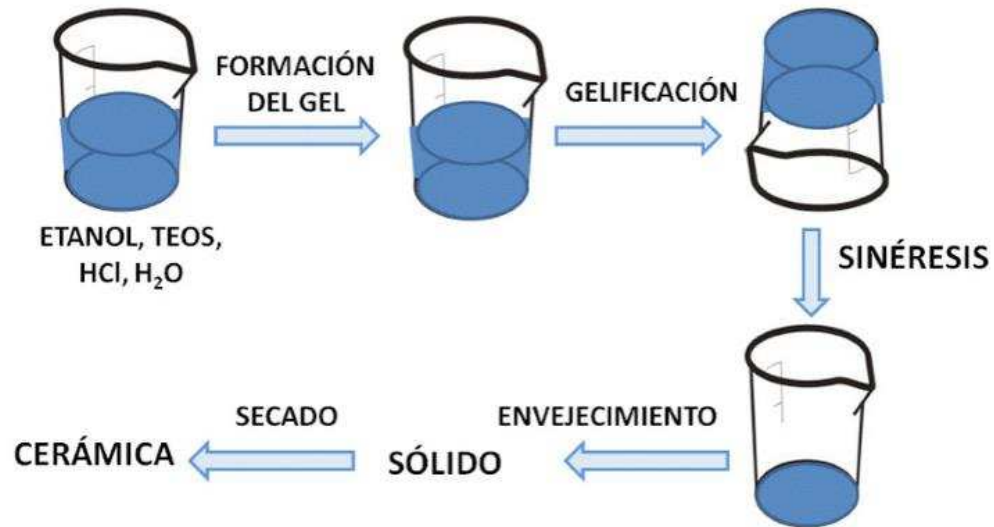


Figura 5 Etapas del método sol-gel: Obtenida de Hierro y Pérez Cortés 2017

#### d) Sonoquímica y cavitación acústica

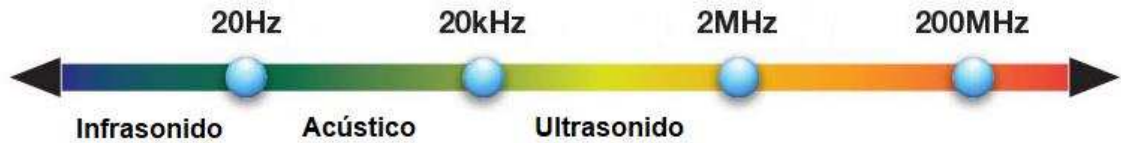
La interacción sinérgica entre la química sol-gel y la sonoquímica ha revelado una gran oportunidad, en contraste al alto costo de los recubrimientos superhidrofóbicos, con bajo impacto ambiental. Los procesos sol-gel, conocidos por su capacidad para producir materiales nanoestructurados, encuentran en la sonoquímica un aliado convincente. La sonoquímica, un proceso dinámico impulsado por cambios rápidos de presión en los líquidos, permite la síntesis de materiales fotocatalíticos con alta eficiencia, velocidades de reacción y buena dispersión (Qingge et al. 2018). La combinación de estos métodos ofrece una vía única para fabricar nanomateriales de manera económica y con un bajo impacto ambiental (Bokov et al. 2021).

La sonoquímica es una rama de la química encargada del estudio de la energía transportada por ondas sonoras o sonido, capaz de provocar y acelerar reacciones químicas. El sonido es un resultado de las perturbaciones y propagación de ondas mecánicas, a través de un medio fluido o sólido (Ameta, Ameta, y Ameta 2018).

El rango audible de los humanos va de 20 Hz a 20'000 Hz como se muestra en la Figura 6, consiste en ondas sonoras y ondas acústicas que se producen cuando las oscilaciones de la



presión del aire se convierten en ondas mecánicas en el oído humano y percibida por el cerebro. Todos sonidos superiores a los 20 KHz son conocidos como ultrasonido (Schiffman 2002).



*Figura 6 Espectro de frecuencias desde el infrasonido al ultrasonido.*

El fenómeno de cavitación acústica es causado por una onda de presión de alta frecuencia (ultrasónicas) y alta amplitud, transmitida al interior de un líquido. Donde, las ondas de presión son generadas por un piezoeléctrico, un transductor que convierte la energía eléctrica en energía mecánica, en un resonador acústico, tal como un generador ultrasónico (Ramirez Ramirez 2015).

Mediante el fenómeno de cavitación acústica es posible modificar la velocidad de reacción, ya que, las ondas de ultrasonido pueden actuar sobre un líquido sobre el que se generan miles de pequeñas microburbujas de cavitación las cuales implotan y genera presiones de hasta 2000 atm y temperaturas de hasta 5000 K por millonésimas de segundo. Este comienza con la nucleación o formación de burbujas, sigue la difusión y culmina con la implosión de la burbuja, formando un *microjet* que genera deformaciones superficiales. El proceso se representa mediante la Figura 7 (Pokhrel, Vabbina, y Pala 2016).

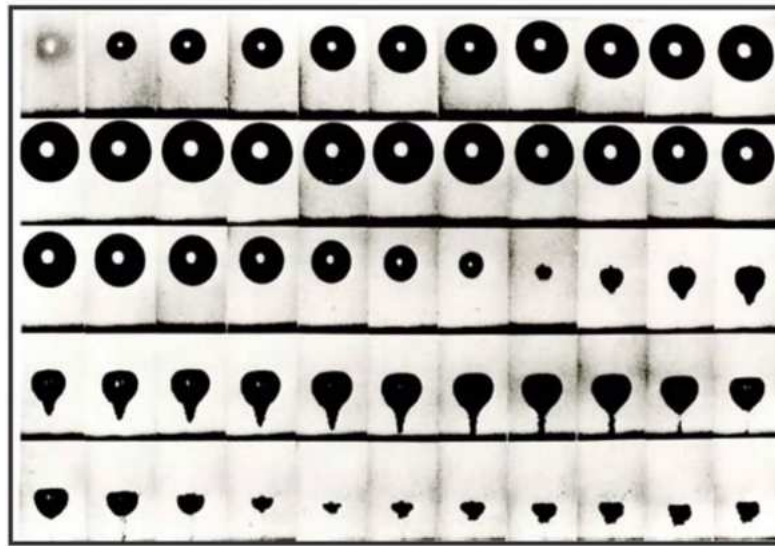


Figura 7 Secuencia de fotografías de la generación de implosión mediante cavitación. Obtenida de: Lokar, Petkovšek, y Dular 2021.

Sin embargo, las burbujas de cavitación están sujetas a otros fenómenos que afectan su dinámica. La oscilación y colapso de estas burbujas inducen efectos fisicoquímicos secundarios tales como, ondas de choque, microturbulencia, microjets, formación de radicales y sonoluminiscencia, estos efectos se presentan en la Figura 8 (Luo et al. 2015).

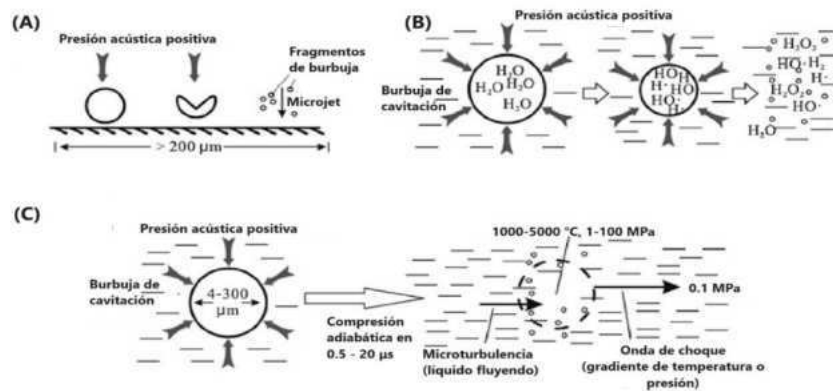


Figura 8 Representación esquemática de los efectos secundarios: (A) Microjet, (B) Formación de radicales y (C) onda de choque y microturbulencia en la cavitación ultrasónica. Obtenida de: Luo et al. 2015 y traducida al español.

El colapso de las burbujas transitorias genera puntos calientes, altas temperaturas y presiones, lo que produce ondas de choque hacia el exterior de la burbuja, además el encogimiento de

las mismas crea grandes vacíos y un rápido flujo de líquido, formando microturbulencias violentas. Los microjets se refieren a el colapso asimétrico de burbujas producen impactos de alta velocidad ( $>100$  m/s) orientados hacia superficies sólidas en interfaces sólido/solvente amplias ( $>200$   $\mu\text{m}$ ) (Abbondanza, Gallo, y Casciola 2023).

Las ondas de choque y microturbulencias de las burbujas transitorias tienen una intensidad de entre 40-3000 veces mayor en comparación con las burbujas estables, debido a su violento encogimiento durante el ciclo acústico. Durante este ciclo, la cavitación genera especies de radicales como el hidroxilo ( $\cdot\text{OH}$ ) a medida que las burbujas se contraen o colapsan. En la sonicación de agua a  $22^\circ\text{C}$  y 52 KHz una burbuja de cavitación con un radio máximo de 28.9  $\mu\text{m}$  produce  $1.1 \times 10^{-18}$  mol de OH y  $1.3 \times 10^{-20}$  mol de fotones en un ciclo acústico; consecuentemente, la influencia de estas especies en la sonoquímica general es insignificante según lo reportado por Didenko y Suslick 2002.

La cavitación y sus efectos fisicoquímicos están limitados a aproximadamente una longitud de onda de la superficie emisora de sonido (líquido cercano). Las zonas activas de la cavitación acústicas se dividen en 4 partes, reacciones de radicales ocurren en el interior de la burbuja, en las interfaces burbuja/líquido, en el líquido cercano y el líquido lejano, impactando en la eficiencia de degradación de compuestos no volátiles (Luo et al. 2015).

Existen dos mecanismos de interacción de la sonoquímica en el medio capaces de acelerar las reacciones químicas, los cuales de acuerdo con Pokhrel et al. 2016 son: sonoquímica primaria (i); Ocurre cuando la vida media de la burbuja excede el tiempo de los radicales y los compuestos se descomponen para generar radicales reactivos, la reacción química inicia dentro de la burbuja en fase de vapor; y sonoquímica secundaria (ii) que ocurre cuando la vida media de los radicales excede el tiempo de la burbuja.

#### e) Composito $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$

El dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) es un material común en minerales y polvos, siendo el titanio el noveno elemento más común en la Tierra. Destaca por su precio y abundancia, siendo usado

en prácticamente todas las industrias. En la naturaleza se cristaliza de tres formas mostradas en la Figura 9 (Haggerty et al. 2017):

- Brookita (estructura ortorrómbica)
- Anatasa (estructura tetragonal)
- Rutilo (estructura tetragonal)

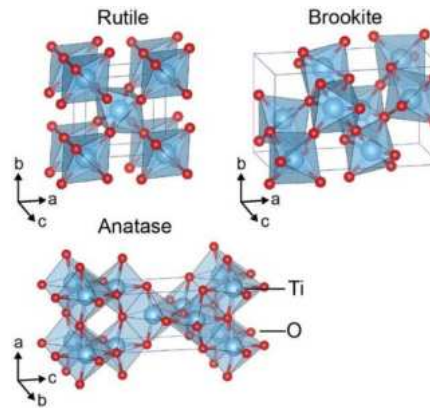


Figura 9 Estructuras cristalinas de TiO<sub>2</sub>, rutilo (tetragonal,  $P4_2/mmm$ ), brookita (ortorrómbica,  $Pbca$ ) y anatasa (tetragonal,  $I4_1/amd$ ).

A escala nanométrica, los materiales semiconductores de óxidos metálicos, tales como el TiO<sub>2</sub>, son utilizados para mejorar las propiedades de autolimpieza y antirreflejantes en materiales compuestos. El TiO<sub>2</sub> ha resultado muy cautivador por su bajo costo, estabilidad química y su potencial como material fotocatalítico, fomentando las investigaciones en este rubro al implementarlo en materiales compuestos (Rosales et al. 2021) (Li et al. 2022).

## V. Antecedentes

Las superficies hidrofóbicas poseen propiedades excepcionales, las cuales son altamente deseables para la industria textil como la autolimpieza, que permite la separación de aceite y agua, resistencia antihielo, corrosión y a la contaminación, haciéndolas adecuadas para diversas aplicaciones en ingeniería de superficies, ingeniería de alimentos, conversión fototérmica, control microfluídico, entre otros (Xu et al. 2018).

Históricamente, la fluoración fue un protocolo estándar para aumentar el CA mediante la reducción de energía superficial. Sin embargo, debido a las prohibiciones impuestas por la U.S. Environmental Protection Agency (EPA) y la Unión Europea en el uso de compuestos perfluorados de cadena larga (PFCs) por el riesgo de liberación de compuestos dañinos como el ácido perfluorooctanoico (PFOA) o el ácido perfluorooctanosulfónico (PFOS) después de la descomposición, se ha dirigido la exploración en busca de alternativas libres de fluoruro (Sun et al. 2023).

Esta transición ha enfocado el desarrollo de estas superficies de manera alternativa; destacando materiales como tioles con largas cadenas alquílicas, ceras naturales, nanopartículas de óxidos (por ejemplo,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ), polisiloxanos (PSX) y siliconas como agentes hidrofobizantes no fluorados que han cobrado gran relevancia debido a su reciente prohibición (Pv y Kudapa 2021).

La sostenibilidad y la durabilidad son consideraciones críticas para el avance de los materiales superhidrofóbicos, con esfuerzos centrados en el desarrollo de alternativas respetuosas con el medio ambiente y en mejorar de la robustez de estos materiales para diversas aplicaciones en la industria automotriz, arquitectura y construcción, energías renovables, aeronáutica, marítima y en la textil. Además, los avances en la preparación y uso de recubrimientos superhidrofóbicos en materiales textiles, como fibras naturales, fibras sintéticas y tejidos no tejidos, han sido objeto de estudio reciente (Niinimäki et al. 2020).

Inclusive se ha demostrado la viabilidad de desarrollar un recubrimiento para textiles de algodón utilizando agentes hidrofóbicos como el polidimetilsiloxano (PDMS) para proporcionar características superhidrofóbicas. En este contexto, se destaca el uso de PDMS

como sustancia de baja energía superficial, en conjunto con los precursores inorgánicos tetraetilortosilicato (TEOS) e isopropóxido de titanio IV (TTIP) han sido estudiados por Xia et al. para la generación del composito  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  mediante sol-gel, obteniendo superficies arquitectónicas superhidrofóbicas y biomiméticas, semejantes a las hojas de loto con CA de  $152.6^\circ$  (Xia et al. 2023). Además, este recubrimiento mejora sus propiedades de protección UV con una transmitancia del 3.35% y un factor de protección ultravioleta UPF de  $115.42^\circ$  (Xu et al., 2018).

Por otro lado, la incorporación de nanotubos de carbono modificados con PDMS en aerogeles de madera para la separación de aceite y agua basados en el efecto fototérmico (Zhu, Fu, y Lucia 2019). Igualmente, Wang et al. Empleo PDMS, para funcionalizar nanoláminas de  $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$  MXene con una esponja de madera natural, obteniendo un material esponjoso con bajo consumo de energía y alta capacidad de absorción de petróleo, con potencial aplicación en la remediación ambiental de derrames petrolero (P.-L. Wang et al. 2022), resaltando nuevamente el PDMS como agente hidrofóbico.

Esta investigación se complementa con el estudio de los materiales porosos de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , que exhiben hidrofobicidad y propiedades de autolimpieza, La formación del composito de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{TiO}_2$  es sinérgica, debido a un incremento en la adherencia al sustrato (Rosales et al. 2018). Exhibiendo además un bajo índice de refracción, gran estabilidad química y mecánica y preservar las capacidades fotocatalíticas del  $\text{TiO}_2$  (Pv y Kudapa 2021). Además, cuando estas propiedades tienen exposición a radiación UV, favorecen propiedades antimicrobianas y facilitan la remoción de contaminantes (Souza et al. 2022).

El método sol-gel es una técnica simple, rentable y versátil para producir nuevos materiales a temperaturas más bajas que los métodos convencionales. Por otro lado, al ser acoplado a ultrasonido sus efectos de cavitación acústica pueden mejorar la homogeneidad, la pureza y la sinterización de los productos sol-gel resultantes, ya que favorece un aumento en los coeficientes de transferencia de masa y calor (Legay et al. 2011). Por lo tanto, el ultrasonido en el método sol-gel es un enfoque prometedor para sintetizar materiales de alta calidad como el composito  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  que puede ofrecer valor agregado para su aplicación en la industria textil por su escalabilidad, bajo costo y disminuido impacto ambiental.

## VI. Hipótesis

El composito  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , sintetizado mediante el método sol-gel acoplado a ultrasonido, brindará un recubrimiento con propiedades hidrofóbicas, así como resistencia mecánica y química para su potencial aplicación en textiles proporcionándoles una mayor vida útil.

## VII. Objetivos

Obtener un composito de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  mediante el método de sol-gel acoplado a ultrasonido para su potencial aplicación como recubrimiento en textiles.

### Objetivos específicos

- Obtener el composito con base en  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  mediante el método sol-gel acoplado a ultrasonido.
- Caracterizar el composito  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  mediante técnicas fisicoquímicas SEM, FT-IR, UV-Vis.
- Evaluar las propiedades hidrofóbicas y mecánicas del recubrimiento de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , mediante las normas AATCC 22 y AATCC 61.
- Comparar las propiedades hidrofóbicas del composito con productos existentes en el mercado, empleando las normas AATCC 22 y AATCC 61.
- Evaluar la resistencia química del recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  aplicado en textiles empleando ácidos y bases fuertes mediante prueba de permeabilidad.

## VIII. Metodología

### Síntesis del compuesto $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$

El compuesto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  se sintetizó empleando el método sol-gel asistido por ultrasonido (Rosales y Esquivel 2020). Los reactivos y precursores fueron: tetraetilo ortosilicato (TEOS, 98 %, Sigma Aldrich), alcohol etílico absoluto (99.5 %, J.T. Baker), agua destilada, polidimetilsiloxano (PDMS, 15-40 mPa·s, J.T. Baker), isopropóxido de titanio IV (TTIP, 98 %, Sigma Aldrich) y ácido oxálico dihidratado (99.9 %, J.T. Baker), con una relación molar de 1: 5.6: 5.5: 0.15: 0.05: 0.1.

Para la síntesis del  $\text{SiO}_2$  se preparó una solución de agua destilada, alcohol etílico y ácido oxálico, empleando un baño ultrasónico por 15 minutos (Branson 1510 Emerson Electric Co.). Posteriormente, se añadió gota a gota el PDMS y a los 3 minutos el TEOS, conservando la solución en el baño ultrasónico para generar el sol de  $\text{TiO}_2$ , se empleó TTIP, el cual se añadió en alcohol isopropílico (99 % Sigma Aldrich) utilizado como solvente orgánico, previamente en agitación mecánica bajo una atmosfera inerte durante 8 minutos.

Para finalizar, ambos soles de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{TiO}_2$  fueron mezclados añadiendo el sol de  $\text{TiO}_2$  en el sol de  $\text{SiO}_2$ , además de 10 mL de agua destilada, conservando el baño ultrasónico durante 30 minutos tal como se describe en la Figura 10.

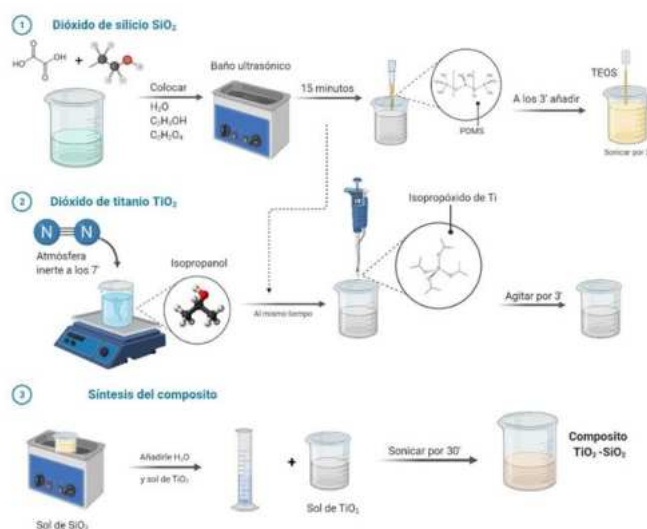


Figura 10 Diagrama de metodología de síntesis del compuesto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .



## Evaluación del recubrimiento

### Acondicionamiento de las muestras

Las muestras de algodón fueron sometidas a este proceso para evitar contaminación y asegurar que todas las muestras se encuentran en las mismas condiciones. Estas fueron previamente lavadas con 5 gramos de detergente libre de abrillantador óptico marca ACE® (#L: 3077 4357 6B), con 250 mL de agua y un agitador magnético durante 7 minutos; después fueron enjuagadas por 3 minutos en agua destilada y estrujadas ocasionalmente aplicando agua destilada, para finalizar, se secaron completamente a 40 °C. Los detergentes libres de abrillantador óptico se muestran como la Figura 11.



*Figura 11 Muestras posterior al acondicionamiento, sometidas a luz UV para verificar que el detergente no posee abrillantador óptico.*

### Aplicación del recubrimiento

La aplicación del recubrimiento SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> se realizó sobre muestras de algodón, empleando los siguientes métodos de aplicación:

- Inmersión

Para el método de inmersión, similar al método *dip-coating*, se sumergió la muestra en un recipiente con 10 mL de recubrimiento añadido gota a gota hasta que se absorba en su totalidad para la muestra de 7 x 7 in y 3.3 mL para las muestras de 6 x 2 in.

- Aerógrafo

Por otro lado, para el método de spray, se realizó mediante el uso de un aerógrafo y compresor para garantizar la uniformidad del recubrimiento, empleando un volumen de 1.5 mL para

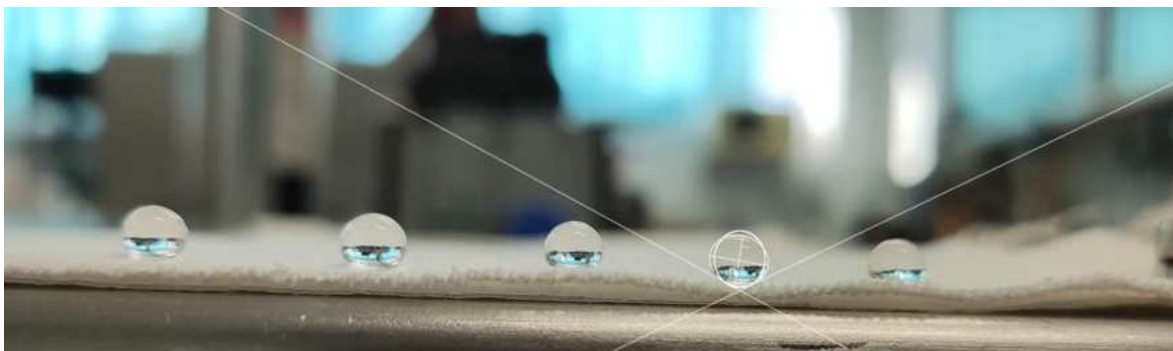
muestras de 6 x 2 in y 4.5 mL para las de 7 x 7 in. Ambos métodos se realizaron con el compuesto SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> concentrado y diluido, en proporción 1:1 volumen-volumen con etanol. La Tabla 1 muestra los métodos de aplicación y la concentración del recubrimiento, así como la nomenclatura para las muestras de algodón recubiertas.

*Tabla 1 Nomenclatura para las muestras de algodón recubiertas de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>.*

<b>Método empleado</b>	<b>Nomenclatura</b>
<b>Spray concentrado (100%)</b>	SP 100
<b>Spray diluido (1:1 v/v)</b>	SP 1:1
<b>Inmersión concentrada (100%)</b>	INM 100
<b>Inmersión diluida (1:1 v/v)</b>	INM 1:1
<b>Muestra control 100% algodón prelavado sin recubrimiento</b>	Control

### Medición de ángulo de contacto y de repelencia

Las mediciones de CA se realizaron empleando una unidad dosificadora con un volumen de 0.1 mL. El tratamiento de las imágenes se realizó con el software libre ImageJ<sup>®</sup>, mediante el *plugin Contact Angle*, siguiendo el algoritmo de aproximación circular como se muestra en la Figura 12 (Schindelin et al. 2012).



*Figura 12 Imagen representativa de la medición de ángulo de contacto de gotas de agua sobre la superficie de algodón recubierta con SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> mediante ImageJ.*

Se realizó la evaluación de repelencia con la norma AATCC 22-2006 ‘Water Repellency: Spray Test’ de la Asociación Americana de Químicos Textiles y Coloristas, equivalente a la

ISO4920 (Chemists y Colorists (AATCC) s/f). Con base en la norma se emplearon muestras de algodón de 7 X 7 in previamente acondicionadas, las cuales se colocaron sobre aros de madera de 6 in con los cuales se garantiza la uniformidad de la muestra. Posteriormente, se colocaron las muestras a 45° de inclinación y a 15 cm de la boquilla de aspersion (ver Figura 13-B) y se vertieron 250 mL de agua con tiempo estandarizado de 25-30 segundos. Posteriormente, se evaluó de manera visual el textil y comparo con los patrones base de la norma AATCC 22-2006, los cuales se muestran en la Figura 13-A.

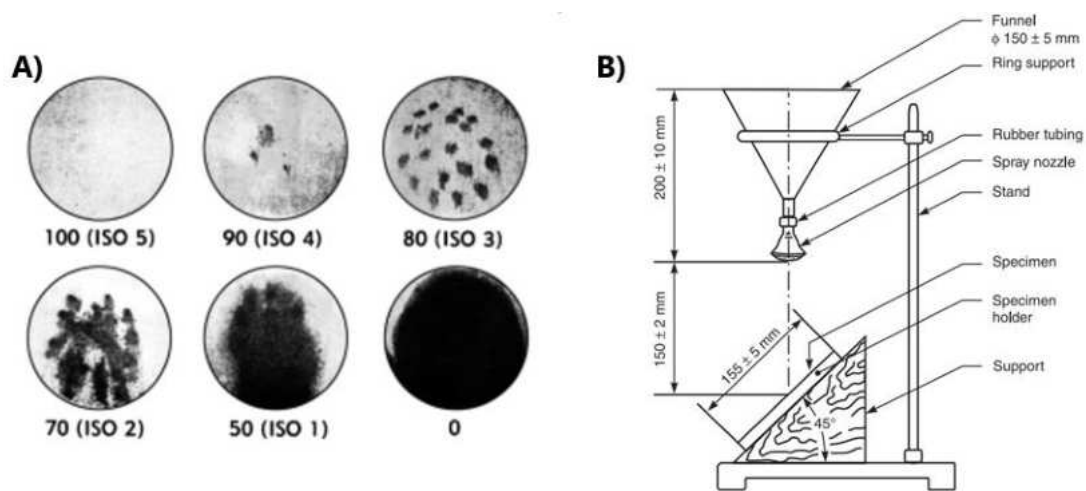


Figura 13 Patrón de repelencia AATCC 22-2006 (A) y esquema del sistema de evaluación (B).

## Evaluación de durabilidad

La norma AATCC 61, 'Colorfastness to Laundering: Accelerated', parcialmente equivalente a la ISO 105-C06:2010, fue empleada para realizar una metodología de lavado acelerado que permite evaluar la solidez del color al lavado de textiles, sin embargo, para nuestros fines empleamos exclusivamente la metodología estandarizada de lavado, equivalentes a 5 ciclos de lavado doméstico. El objetivo de esta norma fue evaluar de manera sistemática y estandarizada la resistencia al lavado frecuente del recubrimiento (International Organization for Standardization (ISO) 2020).

La prueba, tuvo una duración de 45 minutos, se realizó utilizando muestras de algodón de 6 X 2 in, 0.225 g de detergente sin abrillantador óptico, 150 mL de agua desionizada y 50 balines de acero. Se utilizó un launderómetro con el agua a 49 °C que genera rotaciones similares al lavado doméstico. Posteriormente, las muestras se enjuagaron con agua destilada, se secaron a 71 °C en un horno de convección y se dejaron a temperatura y humedad ambiente durante 1 h antes de ser evaluadas (AATCC 2013).

Para el proceso de evaluación de la adhesión se empleó la medición del peso de las muestras en diferentes etapas: antes de la aplicación del recubrimiento, inmediatamente después de aplicar el recubrimiento y después de someter las muestras a la norma AATCC 61.

Por otro lado, la norma AATCC 61 fue empleada como estándar de lavado para las evaluaciones de ángulo de contacto y la caracterización con SEM para evaluar el efecto del lavado sobre la superficie del material y EDS para conocer la durabilidad del material en el recubrimiento.

### Caracterización fisicoquímica

El análisis morfológico del composito se realizó por microscopía electrónica de barrido (SEM), con el equipo JOEL LV, con un voltaje de aceleración de 15 kV.

El análisis de los grupos funcionales del composito SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> se realizó con la técnica FTIR, empleando el espectrofotómetro IR Affinity-1S Shimadzu acoplado a ATR, con un espectro de análisis de 4000-650 cm<sup>-1</sup>.

## Evaluación de resistencia química

Para evaluar la resistencia química del recubrimiento se emplearon ácidos y bases fuertes (ver Tabla 2), se colocaron 3 gotas (0.15 mL) sobre la superficie de algodón recubiertas del composito SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>, y un control (tela de algodón). Se cuantificó el tiempo en el que la superficie absorbe la sustancia, así como el daño visual sobre la superficie del textil recubierto con SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>.

*Tabla 2 Sustancias a evaluar y sus concentraciones en v/v.*

<b>Sustancia química</b>	<b>Nomenclatura</b>	<b>Concentración (% v/v)</b>
<b>Ácido clorhídrico</b>	HCl	38
<b>Ácido sulfúrico</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	97.8
<b>Ácido nítrico</b>	HNO <sub>3</sub>	70
<b>Hidróxido de potasio</b>	KOH	28.6
<b>Hidróxido de amonio</b>	NH <sub>4</sub> OH	30

## IX. Resultados

### Evaluación del recubrimiento

Las telas de algodón fueron recubiertas con el compuesto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  a través de los diferentes métodos de aplicación como se muestra en la Tabla 1 para posteriormente ser evaluadas y caracterizadas. Donde SP e INM hacen alusión al método de recubrimiento, spray e inmersión, respectivamente. Por otro lado 100 y 1:1 se refieren a la concentración del recubrimiento, concentrado y diluido.

#### Ángulo de contacto

Se realizaron las mediciones del CA de las muestras recubiertas con  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  observando notables diferencias. Específicamente, los métodos concentrados INM 100 y SP 100 exhibieron CA promedio de  $146.59^\circ$  relativamente más bajos en un 2.4% con respecto al CA de  $150.18^\circ$  de los diluidos en promedio. Este hallazgo sugiere que la concentración de la solución juega un papel importante en la alteración del comportamiento de hidrofobicidad de la superficie, esto porque los métodos diluidos fueron sometidos a un proceso adicional de sonicación durante 30 min, lo que permite conseguir una mezcla homogénea, alcanzando a su vez mayor uniformidad en el recubrimiento como plantea la literatura relacionada al fenómeno de cavitación.

### Evaluación de pérdida de recubrimiento (AATCC-61)

Se determinó el CA antes y después de la metodología de lavado, empleando la norma AATCC-61 que presenta una metodología de lavado acelerado, equivalente a 5 ciclos de lavado doméstico para evaluar la durabilidad del recubrimiento y conocer si las propiedades hidrofóbicas se ven afectadas.

Esta metodología fue empleada para evaluar la durabilidad del recubrimiento después del lavado y la abrasión de las muestras recubiertas con SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>, realizando mediciones de CA. Esta norma ha sido reportada por diversos artículos para estos fines, tales como; (Xu y colaboradores 2020) y (B. Wang et al. 2022).

En la Tabla 3 se encuentran los ángulos de contacto de las telas de algodón recubiertas con el composito SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> antes y después del desgaste mecánico de la norma 61 de la AATCC. Los mayores valores de CA previos a la norma AATCC-61 se presentan en las muestras diluidas INM 1:1 y SP 1:1, las muestras SP 1:1 es de  $150.82 \pm 2.58^\circ$  y un CA después del lavado de  $144.16 \pm 3.57^\circ$ , con una disminución de 6.62 %, la muestra INM 1:1 con un CA de  $149.53 \pm 4.17^\circ$  y  $144.16 \pm 3.57^\circ$  después del lavado, sin embargo, con una disminución de 2.47 % menor, lo que sugiere que el método de inmersión (INM 100 e INM 1:1) tiene mejores capacidades para mantener la hidrofobicidad después de lavado, con una disminución promedio de 2.1 % frente al 5.52% de los métodos de spray (SP 100 y SP 1:1).

*Tabla 3. Evaluación del CA de los diferentes métodos de aplicación del recubrimiento SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> empleando el Software ImageJ antes y después de la norma de lavado AATCC-61.*

<b>Nomenclatura</b>	<b>CA (°)</b>	<b>CA después (°)</b>	<b>Disminución de CA (%)</b>
<b>SP 100</b>	$147.08 \pm 2.85$	$137.34 \pm 4.54$	6.62
<b>SP 1:1</b>	$150.82 \pm 2.58$	$144.16 \pm 3.57$	4.41
<b>INM 100</b>	$146.10 \pm 4.05$	$143.60 \pm 4.50$	1.71
<b>INM 1:1</b>	$149.53 \pm 4.17$	$145.84 \pm 4.47$	2.47

Comparando individualmente todos los métodos, la muestra SP 1:1 exhibe la mayor hidrofobicidad con un valor de CA de  $150.82^\circ$ , mientras que el método INM 100 es el que mayor resistencia presenta ante desgaste mecánico inducido por la norma AATCC-61

traducido en la menor disminución de CA de todos los métodos evaluados. Por otro lado, la muestra SP 100 fue la menos efectiva en términos de mantener las propiedades hidrofóbicas, con la mayor disminución de CA de 6.62 %, lo que sugiere que la adhesión del recubrimiento se vio comprometida posiblemente ya que la mezcla de recubrimiento no fue homogénea, lo que propicia áreas con menores capacidades hidrofóbicas, comparado la mezcla homogénea de su análogo la muestra SP 1:1 que, al ser diluida, fue potenciada por sonoquímica.

En este contexto, los resultados demuestran que los diferentes métodos de aplicación exhibieron valores comparables de CA iguales o cercanos a una superficie superhidrofóbica. El recubrimiento SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> demostró excelente estabilidad y resistencia a la deformación mecánica, sometida durante la norma AATCC 61, preservando considerablemente su hidrofobicidad con una disminución promedio de CA de 3.8 % en los cuatro métodos.

Además, la evaluación de la resistencia después de la norma AATCC-61, el método de inmersión exhibió mejores resultados, la muestra INM 100 demostró un mejor rendimiento al denotar una disminución marginal de CA de 1.71 %. Esto implica que el método de inmersión concentrada proporciona una fuerte adhesión del recubrimiento que resiste el proceso de lavado con mayor eficacia en comparación con el método de spray.

Ambos métodos de aplicación y concentraciones del recubrimiento SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> demostraron características superhidrofóbicas asociadas con propiedades de autolimpieza y una reducción significativa en el ángulo de deslizamiento.

Por último, se puede encontrar una correlación en el tiempo expuesto a sonoquímica adicional en las muestras diluidas. Se observa que la incorporación de la sonoquímica condujo a un aumento en el CA, lo que coincide con lo reportado por la literatura ante el aumento de la homogeneidad del recubrimiento antes de ser aplicado.

En la Tabla 4 se presentan dichos resultados de los métodos de aplicación de inmersión sitúan la pérdida con respecto al peso de recubrimiento SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> entre 41.47 % y 33.25 % contra el porcentaje de pérdida de peso del método de spray que son considerablemente mayores entre 45.28 y 64.78 %. Por otro lado, las muestras SP 1:1 e INM 1:1 presentan una disminución en la pérdida de recubrimiento que su contraparte concentrada que coinciden en



tener la mayor pérdida de sus métodos respectivos. Los resultados observados fueron anticipados, ya que las muestras INM 100 e INM 1:1 involucran la inmersión completa de la tela, lo que facilita una mejor adhesión y deposición del recubrimiento.

*Tabla 4 Evaluación de pérdida de recubrimiento de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> en muestras de algodón de 6X2 pulgadas (dicho peso está incluido), antes y después de ser sometido a la norma de lavado acelerado AATCC 61.*

<b>Muestra</b>	<b>Muestra Recubierta (g)</b>	<b>Muestra después de la norma AATCC-61 (g)</b>	<b>Pérdida de recubrimiento (%)</b>
<b>SP 100</b>	1.789	1.759	64.71 ± 6.81
<b>SP 1:1</b>	1.970	1.963	45.28 ± 6.39
<b>INM 100</b>	2.187	2.101	41.47 ± 2.41
<b>INM 1:1</b>	2.318	2.247	33.25 ± 4.43

Al medir sistemáticamente el peso de las muestras en estas etapas específicas, pudimos evaluar el grado de adhesión entre el material de recubrimiento y la superficie normal. Este análisis cuantitativo proporcionó información valiosa sobre la fuerza de adhesión y la durabilidad del recubrimiento. Además, el proceso de evaluación también abarcó la cuantificación de la tasa de eliminación del material de recubrimiento después de someterse a un lavado de acuerdo con la norma AATCC 61. Este procedimiento de prueba específico nos permitió evaluar la resistencia del revestimiento a la eliminación durante el proceso de lavado.

## Norma de repelencia al agua AATCC-22 ‘Water repellency: Spray Test’

La evaluación de repelencia, realizada de acuerdo con la norma AATCC-22 ‘Water repellency: Spray Test’, arrojó los hallazgos presentados en la Figura 14.

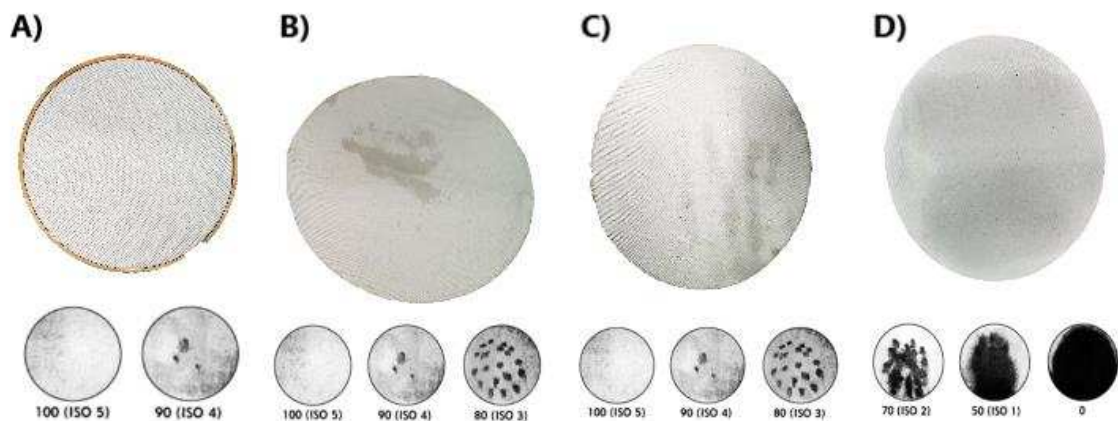


Figura 14 Patrones después de la norma AATCC 61, A) INM 100, B) INM 1:1, C) SP 100 y D) SP 1:1 con sus respectivos resultados de acuerdo con el patrón cualitativo.

El método de INM 100 mostró un valor de repelencia de 100% que en clasificación de la norma AATCC-22 es ISO 5, lo que indica una repelencia completa (ver Figura 14 -A). Esto implica que la superficie tratada con el método de inmersión recubierta con el compuesto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  es efectivo contra la mojabilidad de la superficie, mostrando su alto rendimiento de repelencia. Por su parte, el método INM 1:1 mostró un valor de repelencia según la norma AATCC-22 ISO 3 (80) (ver Figura 14 -B), lo que significa una repelencia parcial después de una exposición prolongada. Asimismo, el SP 100 produjo un valor de repelencia de 80 (ISO 3) Si bien no alcanzó el nivel de repelencia total observado en el método INM 1:1, demostró un grado aceptable de ISO 80, demostrando efectividad para repeler líquidos. después de una exposición prolongada.

Por último, el método SP1:1, a pesar de mostrar un excelente ángulo de contacto durante la exposición prolongada, mostró un valor de repelencia de 50 con ISO 1 (ver Figura 14 -D).

Esto implica que las propiedades repelentes de la superficie se vieron disminuidas, lo que la hizo incapaz de repeler el agua durante la prueba.

Con base en los resultados, se sugiere que el método de inmersión concentrada (INM 100) presenta el nivel más alto de repelencia con un valor ISO 5 equivalente a 100 %. Sin embargo, las muestras SP 100 e INM 1:1 también ofrecen un valor de repelencia notable de 80, que puede ser de interés como requieren una cantidad menor del compuesto repelente. Este aspecto rentable hace que estos métodos de spray e inmersión sean potencialmente favorables para aplicaciones prácticas en las que se considera suficiente lograr un nivel de repelencia de 80 % (ISO3).

## Evaluación morfológica y química

Para corroborar los resultados obtenidos de la norma AATCC-61 y de los cambios del CA se realizó la caracterización morfológica y química de las muestras de algodón recubiertas  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  antes y después de la evaluación de la norma de lavado AATCC-61.

### Microscopía electrónica de barrido (SEM) y Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS)

Para evaluar las morfologías de las muestras recubiertas con  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  antes y después de la norma AATCC-61, se llevó a cabo microscopía electrónica de barrido (SEM), empleando un aumento  $\times 500$  y  $\times 200$  (Figura 15- Figura 19) para cada uno de los tres métodos de aplicación y sus diferentes concentraciones.

En la Figura 15 se observan las fibras de algodón sin recubrir de la muestra control después de ser sometida a la norma AATCC-61, las cuales son compactas, entrelazadas y distinguibles, una imagen comparable con lo reportado por Li y colaboradores (Li et al. 2019). Es relevante este control sin incluir una previa al lavado, ya que podría presentar contaminación y no representaría cambios apreciables en su estructura al ser resistente al lavado.

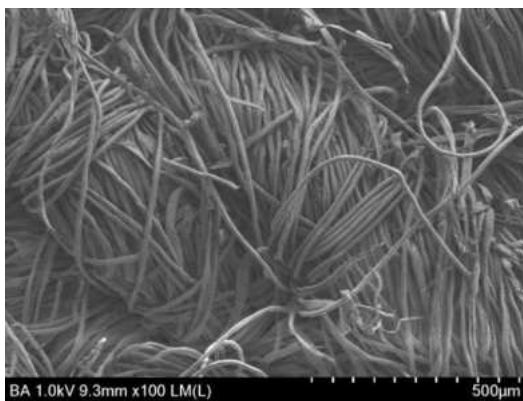


Figura 15 Micrografía de SEM de muestra control de algodón sin recubrimiento.

En la Figura 16 y Figura 17 se observan las muestras de algodón recubiertas con  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  a través del método de inmersión. Figura 16-A) se observa la muestra INM 100 antes de AATCC 61, donde se observan pequeños puntos y fibras de recubrimiento dispersos

uniformemente atribuidos a aglomeraciones del compuesto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ . Posteriormente de la aplicación de la norma AATCC-61, se observa en la Figura 16-B se observa el desgaste mecánico de la fibra después del lavado de la muestra. Asimismo, aún es posible apreciar la abrasión mediante el cambio de contraste de las fibras de algodón denotando una disminución del recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ . Implicando que el recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  exhibe resistencia a esfuerzos mecánicos, al persistir en la superficie. Sin embargo, la rotura y desorden de las fibras también muestra que no ofrece protección en el textil ante la abrasión mecánica.

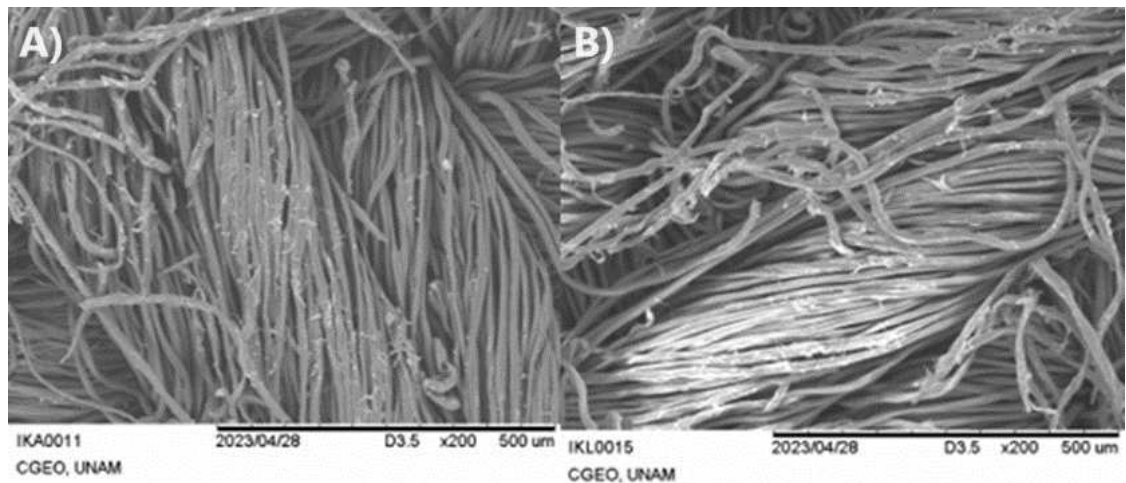


Figura 16 Micrografía de SEM de muestra recubierta INM 100 antes A) y después de la norma AATCC-61 B).

Por otro lado, la muestra INM 1:1, en la Figura 17-A) se observa un constante y brillo entre las fibras, denotan una distribución muy homogénea de recubrimiento, además, no presenta aglomeraciones de material. Después de la evaluación de la norma AATCC-61, en la Figura 17-B), el desprendimiento de material es casi imperceptible, la muestra INM1:1 tiene menores aglomeraciones de material y distribución uniforme. En este contexto, la muestra INM 100 genera aglomerados puntuales los cuales son menos homogéneos entre concentración de recubrimientos  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .

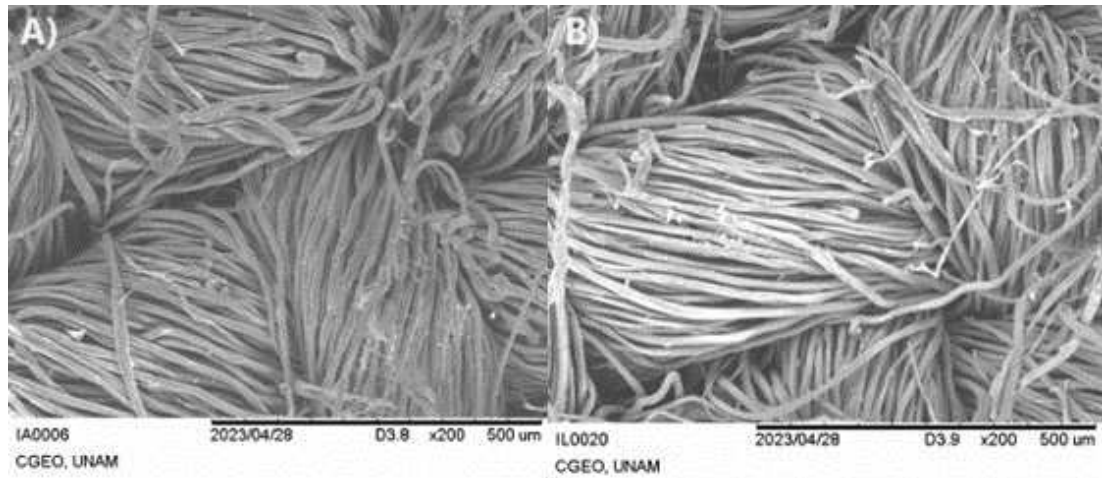


Figura 17 Micrografía de SEM de muestra recubierta INM 1:1 antes A) y después de la norma AATCC-61 B)

Por otra parte, las muestras recubiertas con  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  a través del método SP 100 se observan en la Figura 18 y Figura 19. En la muestra de la Figura 18-A es posible observar un cambio de contraste de la imagen debido a la presencia de cúmulos, los cuales se atribuyen al recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ . Posteriormente al lavado (Figura 18-B) se observa que existe una reducción en dichas aglomeraciones de material, dispersando de mejor manera el recubrimiento.

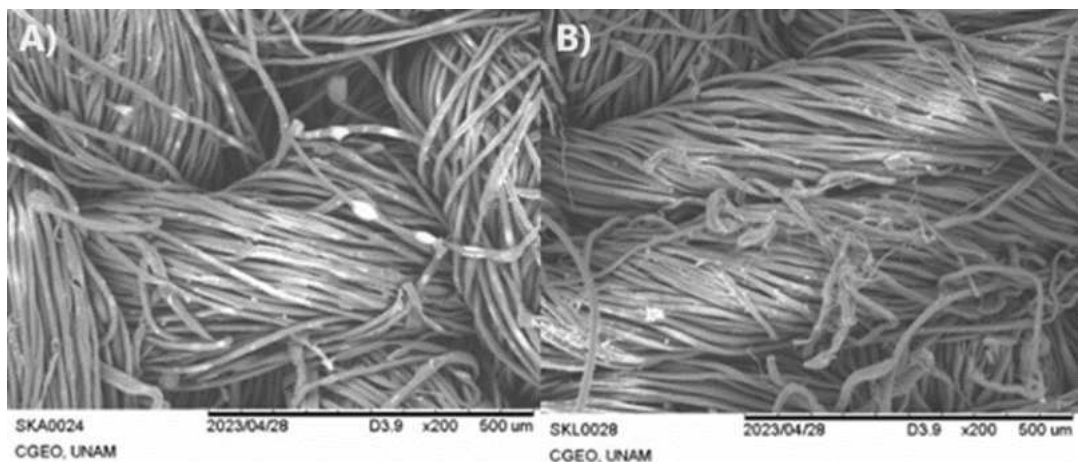


Figura 18 Micrografía de SEM de muestra recubierta SP 100 antes A) y después de la norma AATCC-61 B)

En la Figura 19, antes de la prueba de lavado acelerado se observa (Fig. 19-A), se muestra una mayor magnificación a los cúmulos de recubrimiento que se generan en las fibras del



algodón posiblemente debido a la aglomeración de partículas del recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  cuando en estado líquido que se deslizan sobre las fibras. En la Figura 19-B posterior a la norma de lavado AATCC-61, se logra detectar un daño sobre la superficie del algodón con las fibras mucho más sueltas y erráticas, demostrando en este método que el recubrimiento no ofrece resistencia a la abrasión mecánica, sin embargo, el recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  es persistente en la superficie al no desprenderse después de la metodología.

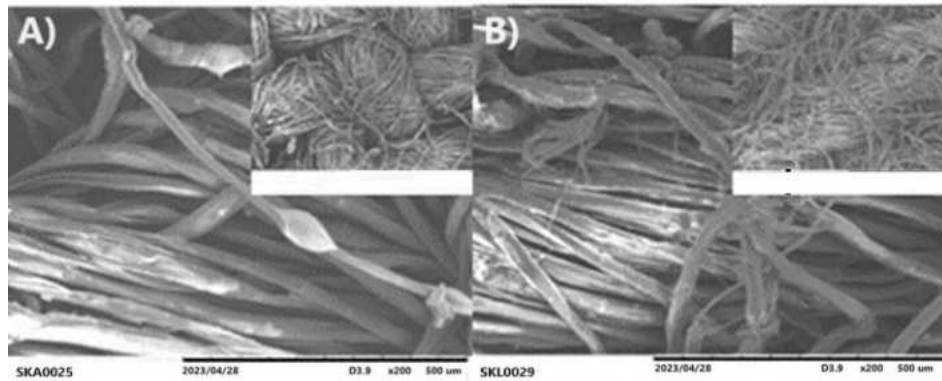


Figura 19 Micrografía de SEM de muestra recubierta de SP 100 ampliada en  $\times 500$ .

En el método INM 1:1 se observa el menor desprendimiento de material después del proceso de lavado planteado en la norma AATCC 61, en contraste a los métodos INM 100 y SP 100 evaluados, se obtuvo una superficie suave y uniforme. Lo que representa la mejor adhesión del recubrimiento y resistencia, siendo perceptible el brillo del recubrimiento en la superficie y con un menor daño mecánico en las fibras de algodón denotando su mejor durabilidad.

Para complementar el análisis de SEM se realizó un análisis de Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS) misma que permitió identificar químicamente los elementos químicos presentes en la superficie del algodón recubierto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , antes y después de la norma AATCC-61 de lavado acelerado.

En la Figura 20 el análisis EDS de la muestra control de algodón la cual no está recubierta con el compuesto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , se encuentra oxígeno y carbono al ser un polímero orgánico celulosa y hemicelulosa.

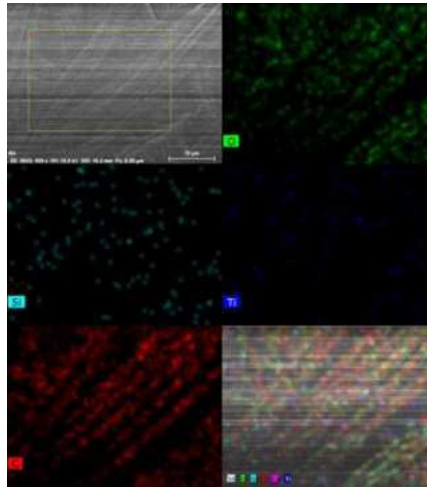


Figura 20 Imágenes de mapeado EDS ( $\times 1500$ ) de muestra control de algodón sin recubrir.

La Figura 21 y Figura 22 pertenecen al análisis elemental de la superficie de las muestras recubiertas, evidenciando la presencia de oxígeno, silicio y titanio, elementos que concuerdan con la composición del compuesto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .

En la Figura 21-A) INM 100 se observa que el silicio recubre de manera uniforme las fibras de algodón, mientras que el titanio solo muestra puntos dispersos, debido al tamaño de partícula y la relación molar la proporción es mucho menor de titanio-silicio. Posteriormente del lavado acelerado en la Figura 21-B) encontramos una disminución de silicio en la superficie, ya que no es posible ver las fibras tan claramente como en la muestra antes de ser lavada, no obstante, la imagen muestra gran intensidad en el color rojo mostrando que el silicio sigue adherido, así como el  $\text{TiO}_2$ .



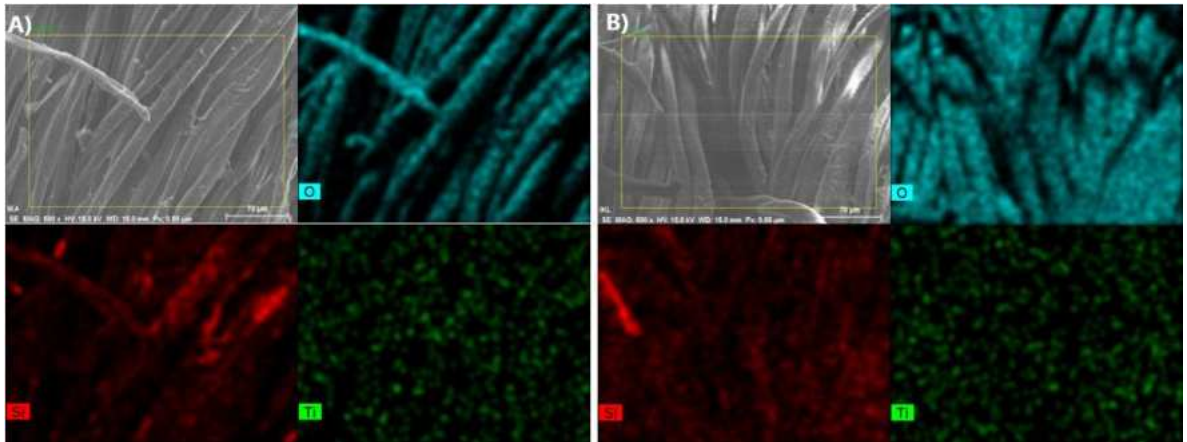


Figura 21 Imágenes de mapeado EDS de la muestra INM:100 A) antes y después de la norma de lavado AATCC-61 B).

En el método de spray en la muestra SP 100 se observa en la Figura 22-A la presencia del silicio en las fibras de algodón es menos perceptible que con la muestra INM:100 (Figura 21).

En la Figura 22-B, se observa una evidente disminución de silicio después de la norma de lavado AATCC-61, lo que implica una menor adhesión del recubrimiento a la superficie comparada al método de inmersión que, por la naturaleza de la metodología requiere el doble de material para recubrir la muestra y por ello posee más material en su superficie.

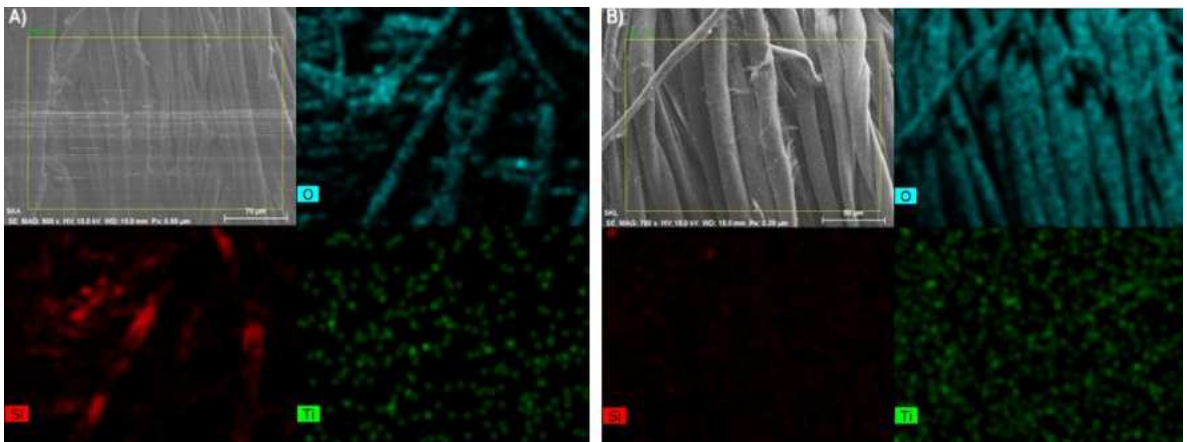


Figura 22 Imágenes de mapeado EDS de la muestra recubierta mediante SP100 A) antes de lavado y B) después de la norma AATCC-61.

## Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier y de Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR)

El análisis de grupos funcionales del recubrimiento de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  sobre textiles de algodón se llevó a cabo utilizando la técnica de FTIR-ATR con un rango de análisis que va desde 4000 hasta  $650\text{ cm}^{-1}$  realizando el análisis previo a la norma de lavado AATCC-61. Como se observa en la Figura 23 y Figura 24.

En la Figura 23 se presenta el espectro de FTIR del sustrato de algodón sometido a un proceso de lavado siguiendo la norma AATCC-61, el cual al ser de naturaleza orgánica muestra señales características de la macromolécula de celulosa. Las bandas características de la celulosa aparecen en las regiones de  $3327\text{ cm}^{-1}$  y  $2891\text{ cm}^{-1}$  corresponde al estiramiento de O-H y al estiramiento de C-H, respectivamente. La flexión de C-H se observa en la banda  $1365\text{ cm}^{-1}$ , en  $1315\text{ cm}^{-1}$  se aprecia la vibración de C-H y en  $1027\text{ cm}^{-1}$  el estiramiento de C-O (El-Shishtawy et al. 2011) pertenecientes a la celulosa.

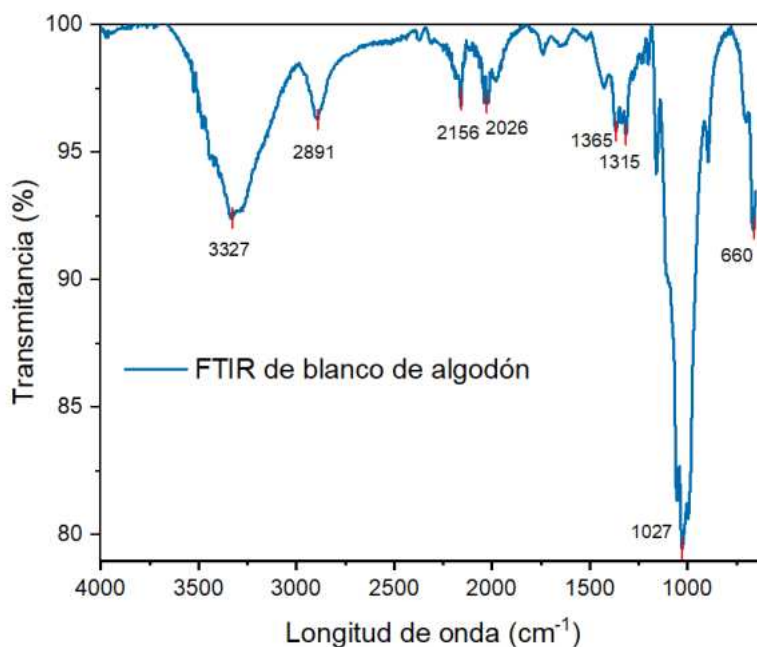


Figura 23 Espectro de FTIR-ATR de la muestra de algodón sin recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .

Los espectros de las muestras de algodón recubiertas con  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  se muestran en la Figura 24, se observan la bandas características del  $\text{SiO}_2$  en  $1100\text{-}1120\text{ cm}^{-1}$ , lo cual corresponde a la vibración de estiramiento asimétrico de los enlaces Si-O y la superposición de señales

resultantes de las interacciones del TEOS y el etanol, lo cual indica la formación y ruptura de enlaces como consecuencia de la hidrólisis completa y eliminación del etanol (Bishop 2015), hecho que se verifica por la ausencia de señales en  $3000\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$  y  $878\text{ cm}^{-1}$  correspondientes a las vibraciones características del etanol en los enlaces C-C y C-O (Wang et al. 2015).

Por otro lado, las vibraciones del  $\text{TiO}_2$  están presentes en  $725\text{ cm}^{-1}$ , lo cual corresponde al modo de flexión Ti-O-Ti; y en  $1620\text{ cm}^{-1}$ , correspondiente al modo de flexión O-H (Maury-Ramirez et al. 2013).

Finalmente, el PDMS muestra bandas de absorción características en la región característica entre  $1237\text{ cm}^{-1}$  presentan el estiramiento del enlace Si-C, mientras las bandas en  $716\text{ cm}^{-1}$ , las cuales corresponden a las vibraciones de estiramiento y flexión Si-O-Si. También se observan las vibraciones de estiramiento de los grupos metilo ( $-\text{CH}_3$ ) en  $2960\text{ cm}^{-1}$  (Liu y Kim 2019).

Por otro lado, existe una pequeña banda en  $840\text{ cm}^{-1}$  cercana a la señal de  $1000\text{ cm}^{-1}$ , esta muestra la copolimerización de las moléculas de PDMS del Si-OH formados desde la hidrólisis del TEOS (Kapridaki et al. 2018). Además, se observa la banda localizada en  $1711\text{ cm}^{-1}$  es la presencia de las vibraciones de doblamiento de los dos enlaces del carbonilo ( $\text{C}=\text{O}$ ), correspondiente al ácido oxálico (Bhandari et al. 2010). Por lo que la variación de la señal después del lavado puede estar relacionada con cambios químicos al interactuar con los dipolos de la molécula de agua.

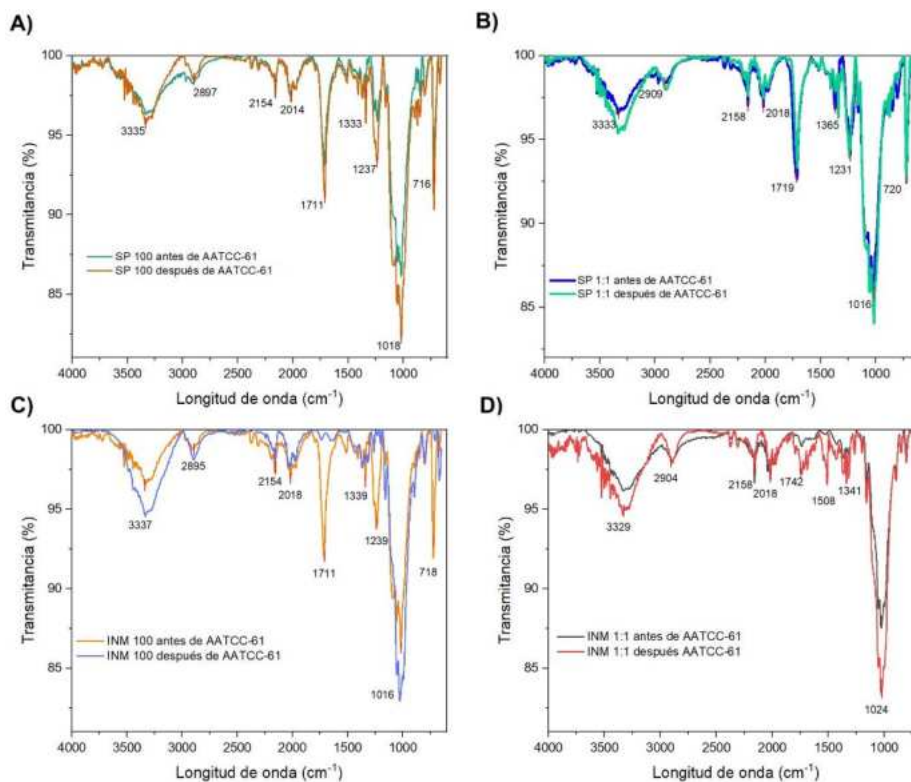


Figura 24 Espectros FTIR-ATR de las muestras de algodón recubiertas con el compuesto SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> antes y después de la norma de AATCC 61, A) SP 100, B) SP 1:1, C) INM 100 y D) INM 1:1 (ver Tabla 1)

El análisis FTIR brinda información sobre las interacciones entre los componentes del compuesto SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> y el sustrato. Así como, los efectos que pueden tener condiciones específicas como el lavado. En ese sentido, una generalidad que encontramos los métodos de aplicación es el aumento de la intensidad de las señales en 3300 cm<sup>-1</sup> y 1020 cm<sup>-1</sup> después del proceso de lavado de la norma AATCC-61, haciendo mucho más intensas las bandas características del algodón con una reducción de transmitancia entre 2.5-5% con el recubrimiento y posterior al proceso de lavado estas señales características del algodón aumentan, las cuales son mostradas en el FTIR-ATR de la Figura 25, obtenido por de Testoni y colaboradores en 2023.

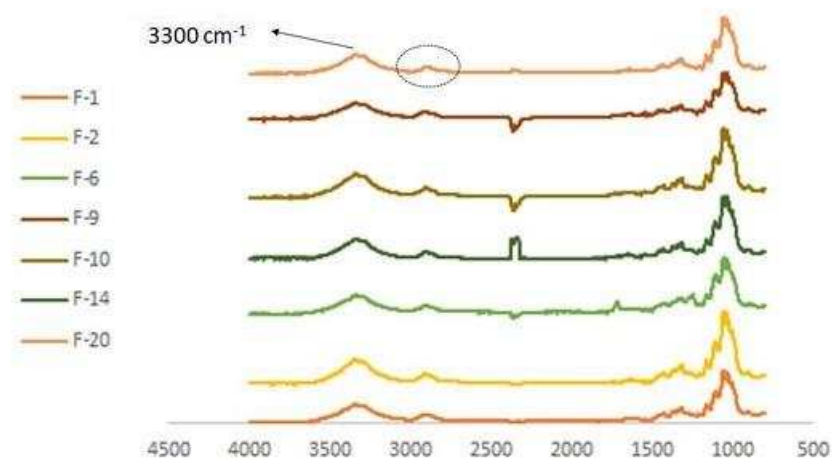


Figura 25 FTIR-ATR de muestra de fibra de celulosa pura, el algodón tiene una composición de 95-98% de celulosa. Donde existen es posible apreciar las señales características en  $3300\text{ cm}^{-1}$ ,  $1000\text{ cm}^{-1}$  y  $2900\text{ cm}^{-1}$ . Obtenida de: [Tostoni et al. 2023](#)

### Evaluación de resistencia química

La evaluación de la resistencia química indicará la resistencia que tiene el recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  contra agentes químicos ácidos y básicos. Se realizó la evaluación en cada una de las muestras recubiertas  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , mostradas en la Figura 26.

La muestra de referencia/control consiste en la tela de algodón sin el recubrimiento de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , el cual exhibió daños significativos por daño químico, ya que todas las sustancias fueron inmediatamente absorbidas, impregnando la tela de algodón. Por el contrario, las muestras de algodón recubiertas con  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  muestran repelencia notable hacia los químicos concentrados con períodos de tiempo prolongados como se muestra en la Tabla 5, dependiendo del método de aplicación del compuesto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .

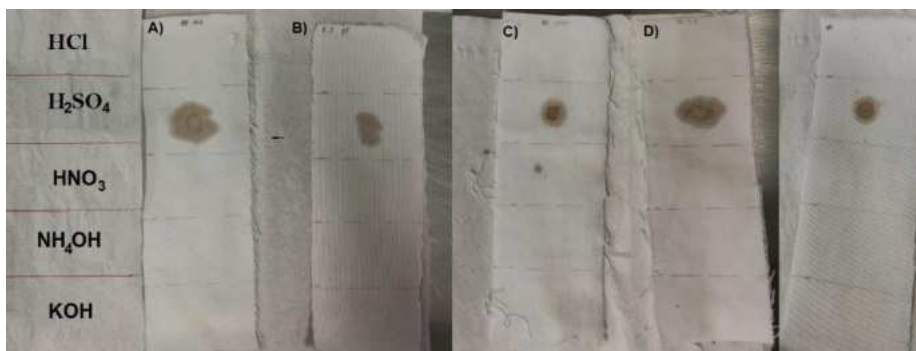


Figura 26 Muestras después de la evaluación de resistencia química A) Spray 100%, B) Spray 1:1, C) Inmersión 100%, D) Inmersión diluida, E) Blanco

Tabla 5 Resultados de las pruebas de resistencia química de las muestras de algodón recubiertas con el recubrimiento SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>.

Métodos	Sustancia química				
	HCl [min]	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> [min]	HNO <sub>3</sub> [min]	NH <sub>4</sub> OH [min]	KOH [min]
<b>SP 1:1</b>	1	23.5	0.5	>60	0.5
<b>SP 100</b>	20	22	0.05	1.5	0.167
<b>INM 1:1</b>	1.5	2.5	0	0.167	0.333
<b>INM 100</b>	1	1.5	0	0.05	0.167
<b>Control</b>	0.1	0	0	0	0

Las muestras SP 100 y SP 1:1 muestran tiempos superiores de más de 60 min con NH<sub>4</sub>OH y 22 min con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, respectivamente, contra el daño de agentes químicos. Estos presentan períodos mayores de absorción en más de 10 veces el tiempo promedio total y cualitativamente (menos daño inducido por corrosión) frente a las muestras de INM 1:1 e INM 100 obteniendo 2.5 min y 1.5 min en H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, respectivamente.

De acuerdo con la Tabla 6, las muestras SP 100 y SP 1:1 siendo las más resistentes frente a agentes químicos manteniendo hidrofobicidad por un tiempo promedio más prolongado. El SP 100 destaca especialmente en su resistencia frente a ácidos, donde el tiempo acumulado para HCl, HNO<sub>3</sub> y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> fue de 42.05 min, presentando una hidrofobicidad superior en el HCl, conteniendo por más de 15 minutos frente a todos los métodos evaluados. Para el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> se obtuvo 1.5 min más de resistencia en el SP 1:1 frente al SP 100. La única sustancia para todos los métodos, penetra rápidamente fue el ácido nítrico, mientras que los otros agentes fueron efectivamente repelidos.

Para las bases, la muestra SP 1:1 presentó tiempos superiores acumulados acorde con la Tabla 6, destacando especialmente en la prueba con el NH<sub>4</sub>OH con más de 60 minutos de repelencia, en comparación a las otras muestras SP 100 (1.667 min), INM 1:1 (0.5 min) y INM 100 (0.217 min).

*Tabla 6 Tiempos acumulados de las pruebas de resistencia química de las muestras de algodón recubiertas con el recubrimiento SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>.*

<b>Métodos</b>	<b>Ácidos [min]</b>	<b>Bases [min]</b>	<b>Total [min]</b>
<b>SP 1:1</b>	25	60.5	85.5
<b>SP 100</b>	42.05	1.667	43.717
<b>INM 1:1</b>	4	0.5	4.5
<b>INM 100</b>	2.5	0.217	2.717

Por otro lado, el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> fue la única sustancia evaluada que a pesar de ser contenida por un tiempo desde de hasta 23.5 min (SP 1:1), fue absorbida por la tela generando daño químico considerable, mostrados en ambas Figura 26 y Figura 27, siendo más evidente en la última, donde el blanco fue atravesado al absorber el ácido. En el resto de los métodos, la absorción no generó este tipo de daño visible más allá de un cambio de coloración.



*Figura 27 Corrosión después de la evaluación resultado del  $H_2SO_4$  en el blanco sin recubrimiento.*

El algodón no es resistente a químicos debido a su estructura conformada por fibras orgánicas de celulosa, entrelazadas y todos los químicos fueron absorbidos inmediatamente en su superficie, dejando marcas de daño por corrosión en la superficie de la tela. En este caso, el recubrimiento fue capaz de repeler las sustancias por un mayor tiempo que va desde 1 min adicional hasta más de una hora en SP 1:1.

Dado lo anterior implica el posible potencial del recubrimiento con propósito de protección en laboratorios o industrias químicas, este tipo de evaluaciones en las que se cuantifica el tiempo que toma a una sustancia en ser absorbida por la tela, se han llevado a cabo por numerosas investigaciones, como la dirigida por (Moiz, Padhye, y Wang 2018)



## X. Conclusiones

El presente estudio tuvo como objetivo evaluar la durabilidad de los recubrimientos hidrofóbicos de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> en textiles de algodón. Logrando la superhidrofobicidad en los textiles tratados con CA de entre 150.82° y 149.53°, obtenidos mediante los métodos diluidos de spray (SP 1:1) e inmersión (INM 1:1).

Los resultados de pérdida de recubrimiento y capacidad de retención de CA siguiendo la norma AATCC-61, denotan las capacidades del recubrimiento SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> para producir superficies superhidrofóbicas consistentemente, a través de los 4 métodos evaluados, con un CA<sub>prom</sub> inicial de 148.4 ° y una disminución de CA<sub>prom</sub> de 3.8%, lo que, comparado con la pérdida de peso en el recubrimiento, no implica una pérdida de hidrofobicidad considerable.

Respecto a los métodos individuales, la muestra SP 1:1 mostró la mayor hidrofobicidad con un CA inicial de 150.82 °, mientras que la muestra INM 100 mostró la menor disminución en el CA de 1.71% después del lavado, lo que resalta su capacidad para conservar la hidrofobicidad. Por otro lado, el método con el menor desgaste mecánico es el INM 1:1 con una pérdida de 33.25 % conservando su CA,

En comparación de métodos de aplicación, inmersión (INM 100/1:1) presenta la mejor durabilidad y resistencia al poseer la menor reducción cuantitativa de recubrimiento 37.36%, sustentado en la menor disminución promedio de CA de 2.1 % frente al 5.52% de los métodos de spray (SP 100 y SP 1:1) mismos que destacan en su capacidad superhidrofóbica con un CA<sub>prom</sub> de 148.95 °.

En contraste a las muestras concentradas (SP/INM 100), las muestras diluidas (SP/INM 1:1) presentan la mejor resistencia de sus métodos de aplicación respectivos, además de una mejor hidrofobicidad CA<sub>prom</sub> de 150.18 ° y menor disminución de CA de 3.44 % frente a 4.17 %.

Los resultados de la evaluación de la norma AATCC-22 revelaron la muestra INM 100 alcanzó una repelencia completa, obteniendo un valor de 100 % y cumpliendo con la clasificación ISO 5 de la norma. Las muestras INM 1:1 y SP 100 mostraron una repelencia notable del 80 %, clasificándose como ISO 3, lo que denota una repelencia parcial pero

efectiva tras una exposición prolongada. Por otro lado, el método de SP1:1 mostró una repelencia deficiente del 50% (ISO 1), lo que sugiere una disminución de las propiedades repelentes. Estos resultados subrayan la importancia de seleccionar el método de aplicación adecuado en función de las necesidades específicas, considerando factores de eficacia, mejores resultados en el menor tiempo posible, y factores de eficiencia (alcanzar objetivo con menos recursos) en la aplicación de sustancias repelentes en aplicaciones prácticas.

Estos hallazgos resaltan la importancia de seleccionar métodos de aplicación de recubrimiento y concentraciones de acuerdo a los objetivos y en este contexto, los métodos de inmersión destacan, al conservar mejor el revestimiento y la hidrofobicidad de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> en la superficie del tejido y los de spray por su hidrofobicidad y eficiencia, al requerir hasta 3 veces menos material que en el método de inmersión.

Los resultados de evaluación de resistencia química varían ligeramente entre los métodos, no obstante, el recubrimiento de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> favorece la protección química al repeler agentes químicos, con resultados notables en términos de resistencia a la absorción y daño químico disminuido siendo repelente a todas las sustancias a excepción del HNO<sub>3</sub> y con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> donde aminoró sólo el daño químico.

Los tiempos de repelencia variaron dependiendo del método de aplicación del recubrimiento, con muestras de spray (SP 100/1:1) demostraron ser las más resistentes frente a agentes químicos, especialmente ácidos, manteniendo la hidrofobicidad durante períodos prolongados en comparación con el método de inmersión (INM 100/1:1). Destacando, la muestra SP 100 exhibió una notable resistencia frente a ácidos, con tiempos de repelencia superiores en comparación con otros métodos. Por su parte, la muestra SP 1:1 presentó tiempos superiores en la prueba con NH<sub>4</sub>OH, una base, en comparación con otras muestras. Este estudio resalta el potencial prometedor del recubrimiento SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> para su uso en entornos donde se requiera protección contra agentes químicos, como laboratorios o industrias químicas.

El análisis FTIR-ATR demuestra la composición química del recubrimiento en la superficie del algodón, mostrando las vibraciones de SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, PDMS y principalmente del algodón

debido a su naturaleza orgánica basada en celulosa. Además, estos resultados nos proporcionan información sobre las interacciones químicas y de los efectos del lavado, como el aumento de intensidad en las señales características del algodón debido a la pérdida de recubrimiento.

Los resultados de SEM sugieren que el daño mecánico no es atenuado por el recubrimiento en ningún método evaluado (INM 100 y SP 1:1/100), sin embargo, la dispersión del  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  se ve favorecida por el lavado, en casos donde se presenten aglomeraciones de material.

El análisis de EDS permite confirmar la presencia de oxígeno, silicio y titanio en las muestras recubiertas coincide con la composición del recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , además todas las muestras tienen una distribución homogénea de silicio y de oxígeno, por otro lado, el titanio se muestra más disperso debido al TTIP. Al analizar estos resultados de SEM y EDS junto con el espectro de FTIR-ATR, se concluye la adhesión del recubrimiento  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  al sustrato.

## XI. Perspectivas

En su intento por imitar el efecto loto, los investigadores han desarrollado materiales superhidrofóbicos, sin embargo, el método tradicional de fluoración, que alguna vez fue un protocolo estándar para la generación de estas superficies, enfrenta desafíos debido a las prohibiciones de compuestos perfluorados de cadena larga.

Es por ello que esta investigación presenta una sólida alternativa tanto en materiales como en método de síntesis, para el desarrollo de materiales superhidrofóbicos, enfatizando la sostenibilidad, durabilidad, hidrofobicidad y autolimpieza. En general, los hallazgos demuestran el gran potencial de nuestro recubrimiento de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  en la industria textil, incluyendo equipos de protección, industria de la moda, textiles médicos, entre otros.

Además, es posible emplear nuestro recubrimiento para mejorar la vida útil y durabilidad de calzado y prendas convencionales o inclusive como auxiliar en la creación de textiles inteligentes o *e-textiles*, siguiendo la tendencia del *Internet of Things* (IoT).

Aun, sería relevante explorar las capacidades fotocatalíticas del recubrimiento, no evaluadas en la presente investigación, en vistas de su potencial aplicación en los textiles médicos donde sería posible mejorar su inocuidad y capacidad antimicrobiana. Finalmente, desde una perspectiva comercial, la investigación podría analizar el mercado potencial y evaluar su viabilidad económica, identificando oportunidades para la comercialización y la colaboración con empresas del sector textil y otras industrias relacionadas.

## XII. Referencias

- AATCC. 2013. “TM061-TM61-TM 61 Test Method for Colorfastness to Laundering: Accelerated”. *members.aatcc.org*. Recuperado el 2 de enero de 2023 (<https://members.aatcc.org/store/tm61/495/>).
- Abbondanza, Dario, Mirko Gallo, y Carlo Massimo Casciola. 2023. “Cavitation over Solid Surfaces: Microbubble Collapse, Shock Waves, and Elastic Response”. *Meccanica* 58(6):1109–19. doi: 10.1007/s11012-022-01606-5.
- Akbari, Raziye, y Carlo Antonini. 2021. “Contact angle measurements: From existing methods to an open-source tool”. *Advances in Colloid and Interface Science* 294:102470. doi: 10.1016/j.cis.2021.102470.
- Ameta, Suresh C., Rakshit Ameta, y Garima Ameta. 2018. *Sonochemistry: An Emerging Green Technology*. CRC Press.
- Anderson, Eugene N., y Sven Beckert. 2017. “Review of Empire of Cotton: A Global History, BeckertSven”. *Ethnobiology Letters* 8(1):97–100.
- Anón. 2020. “The Impact of Textile Production and Waste on the Environment (Infographic) | News | European Parliament”. Recuperado el 21 de febrero de 2022 (<https://www.europarl.europa.eu/news/en/headlines/society/20201208STO93327/the-impact-of-textile-production-and-waste-on-the-environment-infographic>).
- Baker, Ian. 2018. “Rayon”. Pp. 195–97 en *Fifty Materials That Make the World*, editado por I. Baker. Cham: Springer International Publishing.
- Barthlott, Wilhelm. 2023. “Self-Cleaning Surfaces in Plants: The Discovery of the Lotus Effect as a Key Innovation for Biomimetic Technologies”. Pp. 359–69 en *Handbook of Self-Cleaning Surfaces and Materials*. John Wiley & Sons, Ltd.
- Ben-Nissan, B., A. H. Choi, I. J. Macha, y S. Cazalbou. 2016. “Sol-Gel Nanocoatings of Bioceramics”. Pp. 735–56 en *Handbook of Bioceramics and Biocomposites*, editado por I. V. Antoniac. Cham: Springer International Publishing.
- Bhandari, Narayan, Douglas B. Hausner, James D. Kubicki, y Daniel R. Strongin. 2010. “Photodissolution of Ferrihydrite in the Presence of Oxalic Acid: An in Situ ATR-FTIR/DFT Study”. *Langmuir: The ACS Journal of Surfaces and Colloids* 26(21):16246–53. doi: 10.1021/la101357y.
- Bishop, Alex. 2015. “Chapter 9 - Adhesion and Adhesion Tests”. Pp. 197–208 en *Vacuum Deposition Onto Webs, Films and Foils (Third Edition)*. William Andrew Publishing.
- Bokov, Dmitry, Abduladheem Turki Jalil, Supat Chupradit, Wanich Suksatan, Mohammad Javed Ansari, Iman H. Shewael, Gabdrakhman H. Valiev, y Ehsan Kianfar. 2021. “Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application”. *Advances in Materials Science and Engineering* 2021:e5102014. doi: 10.1155/2021/5102014.

- Brinker, C. J., y George W. Scherer. 2010. *Sol-gel science : the physics and chemistry of sol-gel processing*. Academic Press.
- Chakrabarty, Satadru, y Kabeer Jasuja. 2022. “Applications of Nanomaterials in the Textile Industry”. Pp. 567–87 en *Nanoscale Engineering of Biomaterials: Properties and Applications*, editado por L. M. Pandey y A. Hasan. Singapore: Springer Nature.
- Chemists, American Association of Textile, y Colorists (AATCC). s/f. “AATCC 22-2017: Water Repellency: Spray Test”.
- Costa, Mafalda, Bruno Veigas, Jorge Jacob, David Santos, Jacinto Gomes, Pedro Baptista, Raysa Martins, Joao Inacio, y Elvira Fortunato. 2014. “A low cost, safe, disposable, rapid and self-sustainable paper-based platform for diagnostic testing: Lab-on-paper”. *Nanotechnology* 25:094006. doi: 10.1088/0957-4484/25/9/094006.
- Didenko, Yuri T., y Kenneth S. Suslick. 2002. “The Energy Efficiency of Formation of Photons, Radicals and Ions during Single-Bubble Cavitation”. *Nature* 418(6896):394–97. doi: 10.1038/nature00895.
- Ding, Wenwu, Carlos Alberto Dorao, y Maria Fernandino. 2022. “Improving Superamphiphobicity by Mimicking Tree-Branch Topography”. *Journal of Colloid and Interface Science* 611:118–28. doi: 10.1016/j.jcis.2021.12.056.
- Djabourov, Madeleine. 2020. “Gels”. doi: 10.1039/9781788013178-00001.
- El-Shishtawy, Reda M., Abdullah M. Asiri, Nayera A. M. Abdelwahed, y Maha M. Al-Otaibi. 2011. “In Situ Production of Silver Nanoparticle on Cotton Fabric and Its Antimicrobial Evaluation”. *Cellulose* 18(1):75–82. doi: 10.1007/s10570-010-9455-1.
- Ghasemlou, Mehran, Fugen Daver, Elena P. Ivanova, y Benu Adhikari. 2019. “Bio-Inspired Sustainable and Durable Superhydrophobic Materials: From Nature to Market”. *Journal of Materials Chemistry A* 7(28):16643–70. doi: 10.1039/C9TA05185F.
- Haggerty, James E. S., Laura T. Schelhas, Daniil A. Kitchaev, John S. Mangum, Lauren M. Garten, Wenhao Sun, Kevin H. Stone, John D. Perkins, Michael F. Toney, Gerbrand Ceder, David S. Ginley, Brian P. Gorman, y Janet Tate. 2017. “High-Fraction Brookite Films from Amorphous Precursors”. *Scientific Reports* 7(1):15232. doi: 10.1038/s41598-017-15364-y.
- Hench, Larry L., y Jon K. West. 2002. “The Sol-Gel Process”. *ACS Publications*. Recuperado el 25 de febrero de 2022 (<https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/cr00099a003>).
- Hierro, Isabel, y Yolanda Pérez Cortés. 2017. “ALCOXISILANOS EN LA CONSOLIDACIÓN DE MATERIALES PÉTREOS”. *Revista Otarq: Otras arqueologías* 171. doi: 10.23914/otarq.v0i1.92.
- Höfer, Rainer, Franz Jost, Milan J. Schwuger, Rolf Scharf, Jürgen Geke, Josef Kresse, Herbert Lingmann, Rudolf Veitenhansl, y Werner Erwied. 2000. “Foams and Foam Control”. en *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. John Wiley & Sons, Ltd.

- International Organization for Standardization (ISO). 2020. "ISO 105-C06:2010". *ISO*. Recuperado el 2 de enero de 2023 (<https://www.iso.org/standard/51276.html>).
- Ismar, Ezgi, Senem Kurşun Bahadır, Fatma Kalaoglu, y Vladan Koncar. 2020. "Futuristic Clothes: Electronic Textiles and Wearable Technologies". *Global Challenges* 4(7):1900092. doi: 10.1002/gch2.201900092.
- Jeevahan, Jeya, M. Chandrasekaran, G. Britto Joseph, R. B. Durairaj, y G. Mageshwaran. 2018. "Superhydrophobic Surfaces: A Review on Fundamentals, Applications, and Challenges". *Journal of Coatings Technology and Research* 15(2):231–50. doi: 10.1007/s11998-017-0011-x.
- Joshi, M., y A. Bhattacharyya. 2011. "Nanotechnology – a new route to high-performance functional textiles". *Textile Progress* 43(3):155–233. doi: 10.1080/00405167.2011.570027.
- Kapridaki, Chrysi, Anastasia Verganelaki, Pipina Dimitriadou, y Pagona Maravelaki-Kalaitzaki. 2018. "Conservation of Monuments by a Three-Layered Compatible Treatment of TEOS-Nano-Calcium Oxalate Consolidant and TEOS-PDMS-TiO<sub>2</sub> Hydrophobic/Photoactive Hybrid Nanomaterials". *Materials* 11(5):684. doi: 10.3390/ma11050684.
- Legay, Mathieu, Nicolas Gondrexon, Stéphane Person, Primius Boldo, y Andre Bontemps. 2011. "Enhancement of Heat Transfer by Ultrasound: Review and Recent Advances". *International Journal of Chemical Engineering* 2011. doi: 10.1155/2011/670108.
- Li, Ping, Bin Wang, Ying-Jun Xu, Zhiming Jiang, Chaohong Dong, Yun Liu, y Ping Zhu. 2019. "Ecofriendly Flame-Retardant Cotton Fabrics: Preparation, Flame Retardancy, Thermal Degradation Properties, and Mechanism". *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*. doi: 10.1021/acssuschemeng.9b05523.
- Li, Ziliang, Ziqing Li, Chaolei Zuo, y Xiaosheng Fang. 2022. "Application of Nanostructured TiO<sub>2</sub> in UV Photodetectors: A Review". *Advanced Materials* 34(28):2109083. doi: 10.1002/adma.202109083.
- Liu, Y., y H. Kim. 2019. "Polydimethylsiloxane (PDMS) and its Applications in Microfluidics: A Review". *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 29:1–11. doi: 10.1016/j.jiec.2015.03.011.
- Lokar, Žiga, Rok Petkovšek, y Matevž Dular. 2021. "Cavitation Bubble Dynamics in a Vicinity of a Thin Membrane Wetted by Different Fluids". *Scientific Reports* 11(1):3506. doi: 10.1038/s41598-021-83004-7.
- Luo, Jia, Zhen Fang, Richard L. Smith, y Xinhua Qi. 2015. "Fundamentals of Acoustic Cavitation in Sonochemistry". Pp. 3–33 en *Production of Biofuels and Chemicals with Ultrasound, Biofuels and Biorefineries*, editado por Z. Fang, Jr. Smith Richard L., y X. Qi. Dordrecht: Springer Netherlands.
- Marmur\*, Abraham. 2004. "The Lotus Effect: Superhydrophobicity and Metastability". *ACS Publications*. Recuperado el 13 de enero de 2024 (<https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/la036369u>).

- Maury-Ramirez, Andres, Willem De Muynck, Robrecht Stevens, Kristof Demeestere, y Nele De Belie. 2013. "Titanium Dioxide Based Strategies to Prevent Algal Fouling on Cementitious Materials". *Cem. Concr. Compos.* 36:93–100.
- Moiz, Arsheen, Rajiv Padhye, y Xin Wang. 2018. "Durable Superomniphobic Surface on Cotton Fabrics via Coating of Silicone Rubber and Fluoropolymers". *Coatings* 8(3):104. doi: 10.3390/coatings8030104.
- Navas, Daniel, Sandra Fuentes, Alejandro Castro-Alvarez, y Emigdio Chavez-Angel. 2021. "Review on Sol-Gel Synthesis of Perovskite and Oxide Nanomaterials". *Gels* 7(4):275. doi: 10.3390/gels7040275.
- Niinimäki, Kirsi, Greg Peters, Helena Dahlbo, Patsy Perry, Timo Rissanen, y Alison Gwilt. 2020. "Author Correction: The Environmental Price of Fast Fashion". *Nature Reviews Earth & Environment* 1(5):278–278. doi: 10.1038/s43017-020-0054-x.
- Park, Il Woong, Jonas M. Ribe, Maria Fernandino, y Carlos A. Dorao. 2023. "The Criterion of the Cassie–Baxter and Wenzel Wetting Modes and the Effect of Elastic Substrates on It". *Advanced Materials Interfaces* 10(12):2202439. doi: 10.1002/admi.202202439.
- Periyasamy, Aravin Prince, Mohanapriya Venkataraman, Dana Kremenakova, Jiri Militky, y Yan Zhou. 2020. "Progress in Sol-Gel Technology for the Coatings of Fabrics". *Materials* 13(8):1838. doi: 10.3390/ma13081838.
- Pokhrel, Nimesh, Phani Kiran Vabbina, y Nezhil Pala. 2016. "Sonochemistry: Science and Engineering". *Ultrasonics Sonochemistry* 29:104–28. doi: 10.1016/j.ultsonch.2015.07.023.
- Pratiwi, Nurul, Zulhadjri, Syukri Arief, Admi, y Diana Vanda Wellia. 2020. "Self-Cleaning Material Based on Superhydrophobic Coatings through an Environmentally Friendly Sol–Gel Method". *Journal of Sol-Gel Science and Technology* 96(3):669–78. doi: 10.1007/s10971-020-05389-7.
- Precision Reports. 2022. "Worldwide Market Research Report, Analysis & Consulting". [www.precisionreports.co](http://www.precisionreports.co). Recuperado el 1 de enero de 2023 ([https://www.precisionreports.co/enquiry/request-sample/21959214?utm\\_source=LinkedIn&utm\\_medium=Rebel&utm\\_campaign=LinkedIn](https://www.precisionreports.co/enquiry/request-sample/21959214?utm_source=LinkedIn&utm_medium=Rebel&utm_campaign=LinkedIn))
- Pv, Vignesh Mohan, y Vamsi Krishna Kudapa. 2021. "Recent developments in usage of fluorine-free nano structured materials in oil-water separation: A review". *Surfaces and Interfaces* 27:101455. doi: 10.1016/j.surfin.2021.101455.
- Qingge, Feng, Cai Huidong, Lin Haiying, Qin Siying, Liu Zheng, Ma Dachao, y Ye Yuyang. 2018. "Synthesis and Structural Characteristics of High Surface Area TiO<sub>2</sub> Aerogels by Ultrasonic-Assisted Sol–Gel Method". *Nanotechnology* 29(7):075702. doi: 10.1088/1361-6528/aaa1d1.



- RAE. s/f. “hidrofóbico, hidrofóbica | Diccionario histórico de la lengua española”. «*Diccionario histórico de la lengua española*». Recuperado el 20 de febrero de 2022 (<https://www.rae.es/dhle/hidrofóbico>).
- Ramirez Ramirez, Julián. 2015. “Generación de chorros de agua mediante termocavitación en tubos capilares”. *Repositorio INAOE*. Recuperado el 17 de marzo de 2022 (<http://inaoe.repositorioinstitucional.mx/jspui/handle/1009/67>).
- Rilda, Yetria, Reza Safitri, Anthoni Agustien, Nasril Nazir, Achmad Syafruddin, y Hadi Nur. 2017. “Enhancement of Antibacterial Capability of Cotton Textiles Coated with TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>/Chitosan Using Hydrophobization”. *Journal of the Chinese Chemical Society* 64(11):1347–53. doi: 10.1002/jccs.201700165.
- Rodrigues, Isaac Andriew, Larrisa Leffa Fernandes, Chádia Luísa Schissler Rodrigues Rosa, Jacqueline Arguello Da Silva, y Vladimir G. Lavayen Jimenez. 2023. “Proposta didática para o Ensino Médio sobre conceitos de hidrofiliçidade e hidrofobicidade através da medida do ângulo de contato”. *Anais dos Encontros de Debates sobre o Ensino de Química - ISSN 2318-8316* (42).
- Rosales, A., A. Maury-Ramírez, R. Mejía-De Gutiérrez, C. Guzmán, y K. Esquivel. 2018. “SiO<sub>2</sub>@TiO<sub>2</sub> Coating: Synthesis, Physical Characterization and Photocatalytic Evaluation”. *Coatings* 8(4):120. doi: 10.3390/coatings8040120.
- Rosales, A., L. Ortiz-Frade, Iliana E. Medina-Ramirez, Luis A. Godínez, y K. Esquivel. 2021. “Self-Cleaning of SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> Coating: Effect of Sonochemical Synthetic Parameters on the Morphological, Mechanical, and Photocatalytic Properties of the Films”. *Ultrasonics Sonochemistry* 73:105483. doi: 10.1016/j.ultsonch.2021.105483.
- Rosales, Alicia, y Karen Esquivel. 2020. “SiO<sub>2</sub>@TiO<sub>2</sub> Composite Synthesis and Its Hydrophobic Applications: A Review”. *Catalysts* 10(2):171. doi: 10.3390/catal10020171.
- Schiffman, Harvey Richard. 2002. *La percepción sensorial/ Sensory Perception*. Editorial Limusa S.A. De C.V.
- Schindelin, Johannes, Ignacio Arganda-Carreras, Erwin Frise, Verena Kaynig, Mark Longair, Tobias Pietzsch, Stephan Preibisch, Curtis Rueden, Stephan Saalfeld, Benjamin Schmid, y et al. 2012. “Fiji: An open-source platform for biological-image analysis”. *Nature Methods* 9(7):676–82. doi: 10.1038/nmeth.2019.
- Shah, Mudasir Akbar, Bilal Masood Pirzada, Gareth Price, Abel L. Shibiru, y Ahsanulhaq Qurashi. 2022. “Applications of nanotechnology in smart textile industry: A critical review”. *Journal of Advanced Research* 38:55–75. doi: 10.1016/j.jare.2022.01.008.
- Shang, Qianqian, Lihong Hu, Xiaohui Yang, Yun Hu, Caiying Bo, Zheng Pan, Xiaoli Ren, Chengguo Liu, y Yonghong Zhou. 2021. “Superhydrophobic Cotton Fabric Coated with Tannic Acid/Polyhedral Oligomeric Silsesquioxane for Highly Effective Oil/Water Separation”. *Progress in Organic Coatings* 154:106191. doi: 10.1016/j.porgcoat.2021.106191.

- Shi, Zhang, Yi Zhang, Mingchao Liu, Dorian A. H. Hanaor, y Yixiang Gan. 2018. “Dynamic contact angle hysteresis in liquid bridges”. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 555:365–71. doi: 10.1016/j.colsurfa.2018.07.004.
- Souza, Darliane CS, Suélen M. Amorim, Rafael D. Cadamuro, Gislaine Fongaro, Rosely A. Peralta, Rosane M. Peralta, Gianluca Li Puma, y Regina FPM Moreira. 2022. “Hydrophobic Cellulose-Based and Non-Woven Fabrics Coated with Mesoporous TiO<sub>2</sub> and Their Virucidal Properties under Indoor Light”. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications* 3:100182. doi: 10.1016/j.carpta.2021.100182.
- Sun, Shaohua, Bing Sun, Xiaomei Zhu, Yutong Yang, y Hui Liu. 2023. “Defluorination of per-fluorinated compound (PFC) by microwave discharge plasma in liquid: A green and efficient water treatment technology”. *Separation and Purification Technology* 319:124071. doi: 10.1016/j.seppur.2023.124071.
- Taurino, Rosa, Elena Fabbri, Massimo Messori, Francesco Pilati, Doris Pospiech, y Alla Synytska. 2008. “Facile preparation of superhydrophobic coatings by sol–gel processes”. *Journal of Colloid and Interface Science* 325(1):149–56. doi: 10.1016/j.jcis.2008.05.007.
- Testoni, Samara, Rafael Ortiz, Kristiane Mariotti, y Flavio Camargo. 2023. “Forensic Assessment of Textile Fibers Using Micro FTIR-ATR Spectroscopy”.
- Uddin, Faheem. 2019. “Introductory Chapter: Textile Manufacturing Processes”. en *Textile Manufacturing Processes*, editado por F. Uddin. Rijeka: IntechOpen.
- Wang, Baoliang, Lili Xing, Tieling Xing, y Guoqiang Chen. 2022. “Preparation of Stable POSS-Based Superhydrophobic Textiles Using Thiol–Ene Click Chemistry”. *Polymers* 14(7):1426. doi: 10.3390/polym14071426.
- Wang, Hongyang, Haiyang Yu, Junsheng Wang, Ting-Ting Li, Jia-Horng Lin, y Ching-Wen Lou. 2024. “Superhydrophobic and Photocatalytic Self-Cleaning Cotton Fabrics Coated with SiO<sub>2</sub>–TiO<sub>2</sub> Janus Particles and PDMS”. *Fibers and Polymers*. doi: 10.1007/s12221-023-00451-x.
- Wang, Pei-Lin, Chang Ma, Qi Yuan, Tian Mai, y Ming-Guo Ma. 2022. “Novel Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>T<sub>x</sub> MXene Wrapped Wood Sponges for Fast Cleanup of Crude Oil Spills by Outstanding Joule Heating and Photothermal Effect”. *Journal of Colloid and Interface Science* 606(Pt 2):971–82. doi: 10.1016/j.jcis.2021.08.092.
- Wang, S., D. K. Wang, S. Smart, y J. C. Diniz da Costa. 2015. “Ternary Phase-Separation Investigation of Sol-Gel Derived Silica from Ethyl Silicate 40”. *Sci. Rep.* 5:14560. doi: 10.1038/srep14560.
- Wang, Ying, Guangri Jia, Xiaoqiang Cui, Xiao Zhao, Qinghua Zhang, Lin Gu, Lirong Zheng, Lu Hua Li, Qiong Wu, David J. Singh, Daiju Matsumura, Takuya Tsuji, Yi-Tao Cui, Jingxiang Zhao, y Weitao Zheng. 2021. “Coordination Number Regulation of Molybdenum Single-Atom Nanozyme Peroxidase-like Specificity”. *Chem* 7(2):436–49. doi: 10.1016/j.chempr.2020.10.023.

- Wei, Xinyue, y Xiaoting Niu. 2023. “Recent Advances in Superhydrophobic Surfaces and Applications on Wood”. *Polymers* 15(7):1682. doi: 10.3390/polym15071682.
- Xia, Xiaojing, Jue Liu, Yang Liu, Zijie Lei, Yutong Han, Zeping Zheng, y Jian Yin. 2023. “Preparation and Characterization of Biomimetic SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>-PDMS Composite Hydrophobic Coating with Self-Cleaning Properties for Wall Protection Applications”. *Coatings* 13(2):224. doi: 10.3390/coatings13020224.
- Xu, Lihui, Yong Shen, Ying Ding, y Liming Wang. 2018. “Superhydrophobic and Ultraviolet-Blocking Cotton Fabrics Based on TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> Composite Nanoparticles”. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 18(10):6879–86. doi: 10.1166/jnn.2018.15463.
- Xu, Liyun, Yu Zhang, Ying Guo, Ruiyun Zhang, Jianjun Shi, Yue Shen, y Jianyong Yu. 2020. “The Effect of Hydroxyl on the Superhydrophobicity of Dodecyl Methacrylate (LMA) Coated Fabrics through Simple Dipping-Plasma Crosslinked Method”. *Coatings* 10(12):1263. doi: 10.3390/coatings10121263.
- Yan, Wei-Guo, Xiang-Chen Li, Jian-Hua Wei, y Zhifeng Liu. 2023. “Fabrication of TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>/Ag/PDMS Superhydrophobic Coating for Efficient Oil/Water Separation”. *Journal of Sol-Gel Science and Technology* 108(1):187–99. doi: 10.1007/s10971-023-06166-y.
- Zhu, Zhaodong, Shiyu Fu, y Lucian A. Lucia. 2019. “A Fiber-Aligned Thermal-Managed Wood-Based Superhydrophobic Aerogel for Efficient Oil Recovery”. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering* 7(19):16428–39. doi: 10.1021/acssuschemeng.9b03544.

## Anexos

### TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

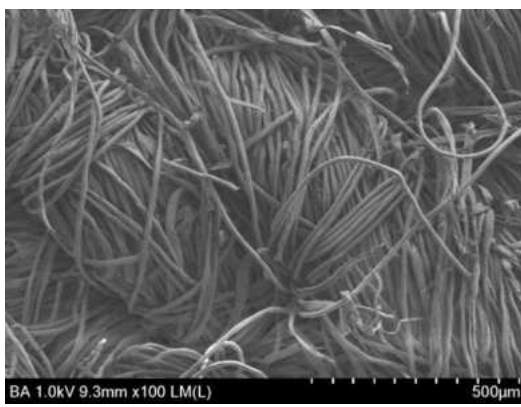
#### SEM

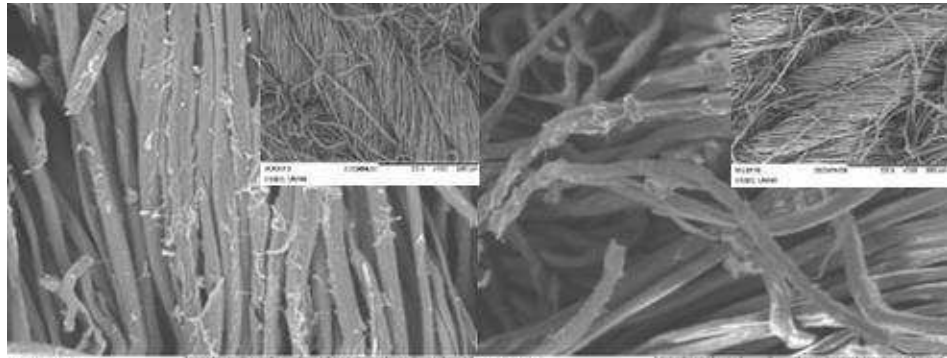
La nomenclatura exclusiva mostrada en las imágenes obtenidas por SEM según el método de aplicación se describe en la Tabla 7.

*Tabla 7 Tabla con nomenclatura de los distintos métodos para recubrir con SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> para la caracterización por microscopía electrónica de barrido.*

NOMENCLATURA PARA SEM	
<b>SPRAY CONCENTRADO (100%) ANTES LAVADO</b>	SKA
<b>SPRAY DILUIDO (1:1 V/V) LAVADO</b>	SKL
<b>INMERSIÓN CONCENTRADA (100%) ANTES LAVADO</b>	IKA
<b>INMERSIÓN CONCENTRADA (100%) LAVADA</b>	IKL
<b>INMERSIÓN DILUIDA (1:1 V/V) ANTES LAVADO</b>	IA
<b>INMERSIÓN LAVADA</b>	IL
<b>MUESTRA CONTROL 100% ALGODÓN PRE-LAVADA SIN RECUBRIMIENTO ANTES DE AATCC-61</b>	BA

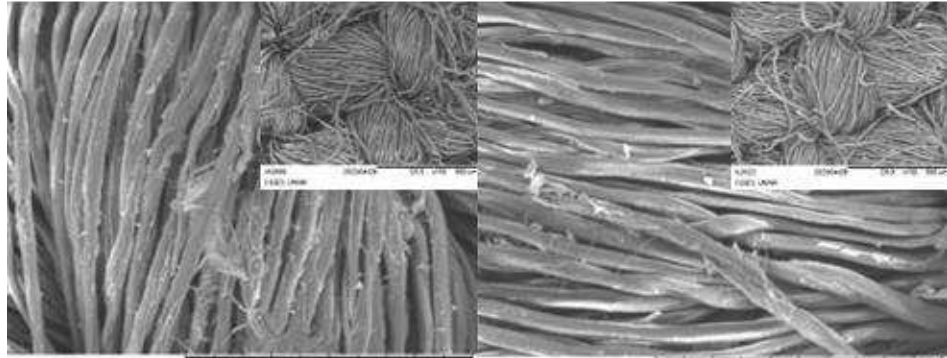
A continuación, se presentan el resto de las imágenes obtenidas por SEM de las muestras obtenidas en este trabajo.





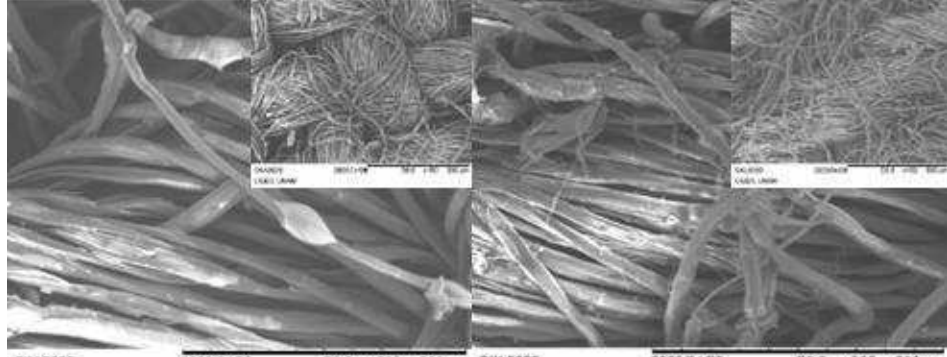
IKA0012  
CGEO, UNAM

IKL0017  
CGEO, UNAM



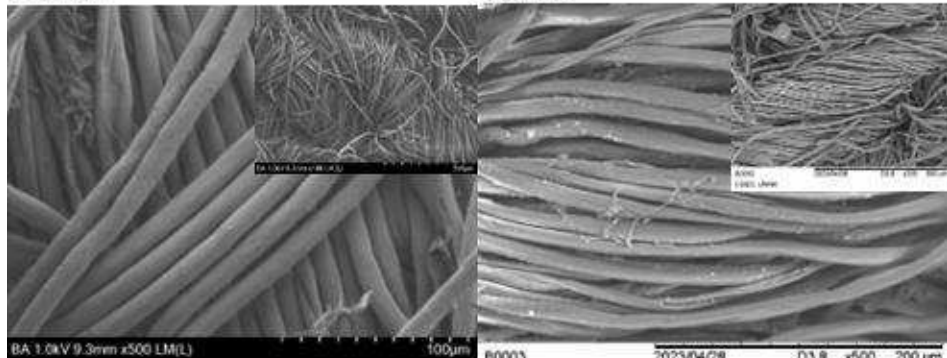
IA0007  
CGEO, UNAM

IL0021  
CGEO, UNAM



SKA0025  
CGEO, UNAM

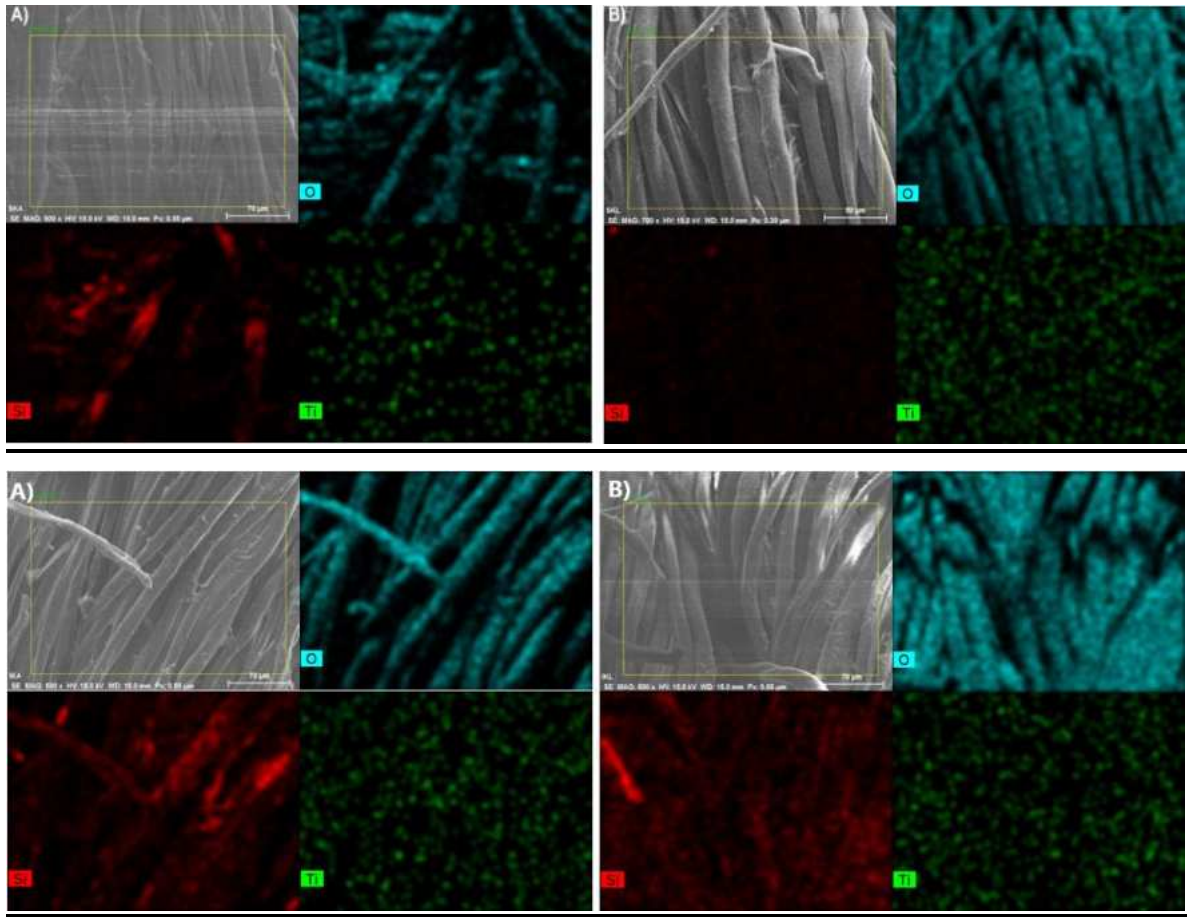
SKL0029  
CGEO, UNAM

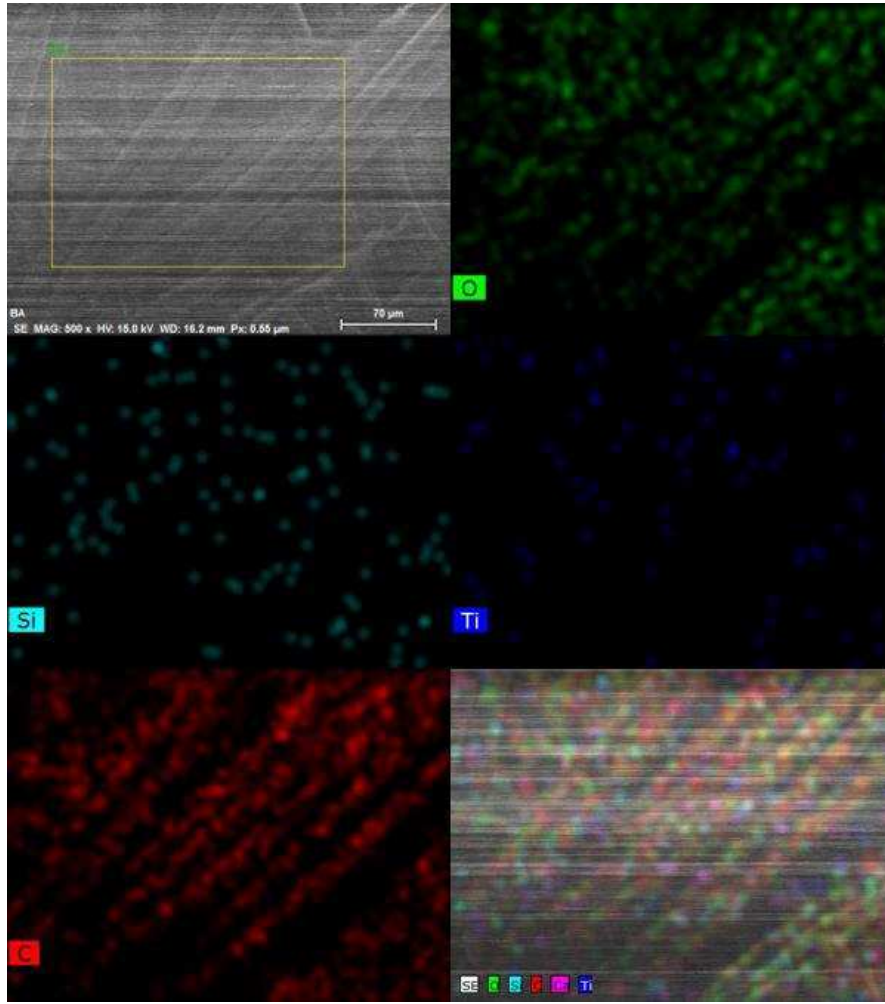


BA  
CGEO, UNAM

B0003  
CGEO, UNAM







FTIR

