

# Control de deposición de una película delgada en una fibra óptica utilizando el *dip-coater* para detectar el pH

## Deposition control on an optical fiber thin film using the Dip-Coater to detect pH

Daniel Razo-Medina\*, Orlando Ortiz-Jiménez\*\*, Edgar Alvarado-Méndez\*, Mónica Trejo-Durán\*\*

### RESUMEN

En este trabajo se presentan los resultados obtenidos al usar un *dip-coater* para llevar a cabo el desarrollo de una membrana o película de sol-gel en una fibra plástica mezclada con indicadores de pH, los cuales serán usados como elementos de reconocimiento. La concentración de pH fue detectada y cuantificada por medio de la absorbancia. Se explican los parámetros a considerar para tener un control de preparación y espesor de la membrana.

### ABSTRACT

This work shows the experimental results obtained by using dip-coater to develop a sol-gel membrane or film on plastic fiber mixed with pH indicators. This will be used as recognition components. pH concentration was detected and quantified by use absorbance. Parameters considered to have a preparation control and membrane thickness are explained.

### INTRODUCCIÓN

La técnica sol-gel es de gran importancia por ser una alternativa tecnológica, debido a que en las diferentes etapas de su proceso y dependiendo de sus parámetros de fabricación se pueden obtener recubrimientos, nuevas fibras cerámicas, polvos cerámicos con propiedades (ópticas, piezoeléctricas, etc.), nuevos vidrios y nuevos materiales *Hybrid Organic-Inorganic Materials* (HOIM). Este método es sencillo, económico y muy flexible para fabricar, estudiar y trabajar (Jeffrey & Scherer, 1990; Klein, 1998; Sakka, 2005). Además, se puede enfocar al área de la óptica integrada, en el diagnóstico biomédico, las telecomunicaciones, la iluminación, el control de fotones, los sensores y la fabricación de películas delgadas (Chiappini *et al.*, 2011; Wang, Huang, Li & Zhou, 2008).

La elaboración de materiales cerámicos y vidrios inorgánicos de sol-gel comenzó a mediados de 1900 con Ebelmen (1846) y Graham (1864), quienes observaron que la hidrólisis del Si ( $\text{OC}_2\text{H}_5$ ) y el tetraetil-ortosilicato (TEOS) producían un material parecido al vidrio denominado  $\text{SiO}_2$ . Éste se extraía a partir del gel viscoso, sin embargo, los tiempos de secado eran tardados de un año o más, esto con el fin de evitar la fracturación de los geles de silicio. Por tal motivo no tuvo gran interés sino hasta en 1950, ya que el tiempo de secado fue disminuido a semanas, y por su potencial de alcanzar niveles de homogeneidad muy elevados se utilizó para sintetizar un gran número de composiciones de óxido de cerámica (Bahadur, Srivastava, Chandra & Chandra, 2008; Messori *et al.*, 2003).

Recibido: 29 de junio de 2015

Aceptado: 5 de noviembre de 2015

#### Palabras clave:

Fibra óptica; película delgada; *dip-coater*; pH; detector.

#### Keywords:

Optic fiber; thin film; dip-coater; pH; detector.

#### Cómo citar:

Razo-Medina, D., Ortiz-Jiménez, O., Alvarado-Méndez, E., & Trejo-Durán, M. (2016). Control de deposición de una película delgada en una fibra óptica utilizando el *dip-coater* para detectar el pH. *Acta universitaria*, 26(NE-1), 20-23. doi: 10.15174/au.2016.858

\* División de Ingenierías, Campus Irapuato-Salamanca (DI-CIS), Universidad de Guanajuato. Carretera Salamanca-Valle de Santiago km 3.5+1.8 km. Comunidad de Palo Blanco s/n, Salamanca, Gto., México, C.P. 36885. Correo electrónico: darazo@ugto.mx

\*\* Departamento de Estudios Multidisciplinarios (DEM), Universidad de Guanajuato. Av. Universidad s/n, Yacatitas, Yuriria, Gto., México, C.P. 38944.

En este trabajo, para evitar la fractura del gel de silicio durante el secado, se presentan los parámetros para el control de fabricación de una película de sol-gel depositada en una fibra óptica plástica (optrodo) para la detección del pH. Éste es de suma importancia para el área de la salud, la industria de alimentos, el crecimiento de bacterias, el tratamiento de agua, la agronomía, la industria farmacéutica, la petroquímica, la metalurgia, etcétera.

## MATERIALES Y MÉTODOS

En este proyecto se realizaron varios experimentos para la creación de optrodos, los cuales se dividieron en dos etapas. La primera consistía en modificar los parámetros de preparación de la mezcla sol-gel para obtener una consistencia adecuada; la segunda etapa de la investigación era la manipulación de los parámetros del *dip-coater*, dispositivo capaz de fabricar películas delgadas sobre un sustrato.

El objetivo de un proceso de sol-gel es el control de las superficies y las interfaces de materiales durante las primeras etapas de la producción (Hench & West, 1990). Los reactivos utilizados para crear el sol-gel son TEOS, etanol y agua, a una razón de 40:40:1. Éste nos proporciona el encapsulado de los indicadores, los cuales sirven para la detección del pH.

Para la realización adecuada de esta técnica existen varios factores que afectan en la velocidad de la reacción química, principalmente temperatura, humedad, relaciones de moles entre reactivos, agitación y solvente. Por tal motivo, para controlar la viscosidad de la solución se realizaron pruebas para determinar los valores adecuados de su elaboración, y así poder llevar a cabo la deposición.

Las películas delgadas pueden ser depositadas a través de una variedad de técnicas, que pueden ser clasificadas de acuerdo con la fase del medio con el soluto, presentándose en forma sólida, líquida o gaseosa. El *dip-coater* es un dispositivo con una precisión controlada de inmersión y extracción de cualquier sustrato en un medio líquido (solvente), con el fin de depositar una capa de material sobre un sustrato (Ashiri, Nemati & Ghamsari, 2014; Kayani, Afzal, Saleemi, Riaz & Naseem, 2014; Kayani, Khan, Saleemi, Riaz & Naseem, 2014; Nguyen *et al.*, 2004). Una descripción más amplia de su funcionamiento se puede consultar en el *Manual del Nima Dip-Coating DC-mono* (Nima technology, n. d.) (figura 1).

Los parámetros del *dip-coater* se modificaron con el objetivo de depositar una película homogénea de sol-gel en el extremo de la fibra óptica plástica, ya que las primeras pruebas presentaron distintas capas en la superficie de la fibra (figura 2) por las acciones o fuerzas que actuaban en el sol-gel, por ejemplo: gravedad, viscosidad, temperatura, fuerza de capilaridad, evaporación del solvente, velocidad de inmersión-sumersión de la película, etcétera.



Figura 1. Dispositivo Nima Dip-Coating DC-mono.  
Fuente: Elaboración propia.

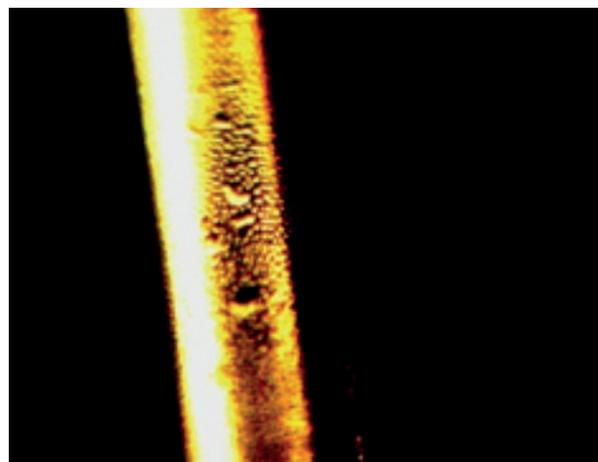


Figura 2. Optrodo, superficie no homogénea.  
Fuente: Elaboración propia.

Para obtener mejores resultados y aplicar las mismas condiciones para lograr la repetitividad de las películas se diseñó un domo para el control del entorno, dado que la solución sol-gel se mantenía al aire libre y eso provocaba que la viscosidad aumentara rápidamente. En este domo se pone Etanol a 70 °C, para saturar el ambiente y retardar el proceso de gelificación. En la figura 3 se muestra los distintos elementos para la elaboración del optrodo.

## RESULTADOS

Para asegurar que los resultados fueran repetitivos y eficientes, se realizaron pruebas de microscopía como el espectroscopio *Fourier Transform Infrared* (FTIR) para comprobar o colaborar que los indicadores se encontraron confinados dentro de la película de sol-gel. El microscopio óptico ayuda a observar con claridad la conformación de las películas depositadas en las fibras plásticas, mientras que el *Optical Spectrum Analyzer* (OSA) determina cuál es la fuente de luz se debe utilizar para obtener mejores resultados en la medición del pH.

En la figura 4 se señalan los resultados obtenidos con las pruebas realizadas, tanto en la preparación del sol-gel como en su deposición en la fibra óptica, pudiendo observar de izquierda a derecha las mejoras que se fueron obteniendo. En la parte superior se muestra el resultado final del sol-gel, apreciando que la imagen superior derecha en comparación con las otras no presenta ninguna fractura. En la parte inferior se muestra la deposición, de la misma manera se puede ver que en la imagen la superficie es más homogénea.

Una vez obtenidos los parámetros adecuados para la realización de los optrodos, se lograron los siguientes resultados: en la elaboración del sol-gel, la solución debe ser mezclada a una velocidad de 1.5 °C a 55 °C durante 30 min; para la fabricación de las películas con el *dip-coater*, la velocidad de sumersión y elevación es de 5mm/min, el tiempo de espera dentro y fuera del sol-gel de 60 s y 40 ciclos de sumersiones, aumentando así el área donde se presenta una estructura más uniforme de la película.

Una vez obtenido el control de la preparación del optrodo se realizaron las curvas características para poder realizar la medición de la concentración de pH que se encuentra en las muestras. El sistema de medición nos proporciona una relación entre la cantidad de luz que atraviesa el optrodo (expresada en voltaje) y las unidades de pH que contiene la muestra. En la figura 5 se puede observar que el comportamiento de la concentración de pH con respecto al voltaje es lineal y gradual en un rango de 3 a 9 unidades de pH.

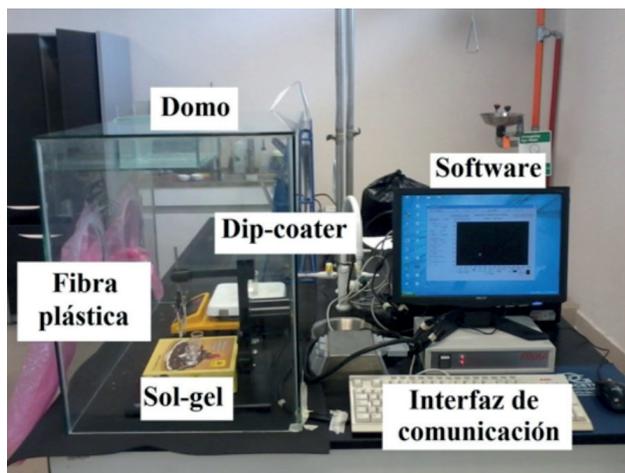


Figura 3. Sistema de fabricación de optrodos.  
Fuente: Elaboración propia.

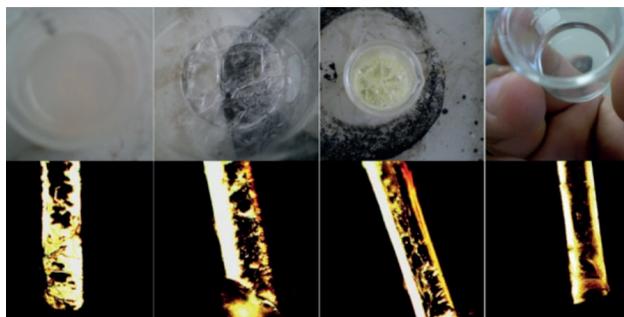


Figura 4. Resultados de fabricación de optrodos; en la parte superior se observa la solución final del sol-gel y en la inferior las películas depositadas en la fibra plástica.  
Fuente: Elaboración propia.

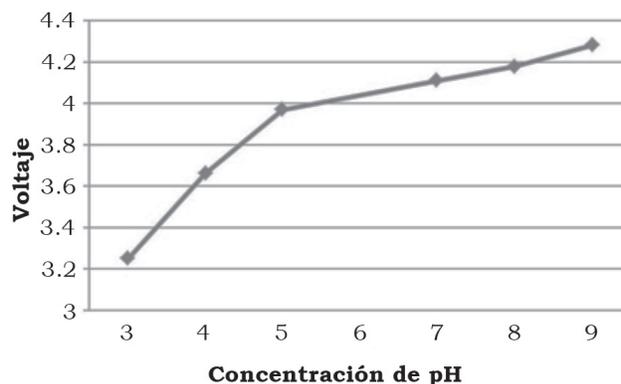


Figura 5. Resultados de fabricación de optrodos; en la parte superior se observa la solución final del sol-gel y en la inferior las películas depositadas en la fibra plástica.  
Fuente: Elaboración propia.

## CONCLUSIÓN

El presente trabajo se enfocó en la realización del proceso de fabricación y deposición de las películas de silicato, logrando obtener optrodos para la medición del pH, obteniendo buenos resultados, ya que se pudo evaluar cualitativamente su estructura molecular utilizando técnicas espectroscópicas. Esto con el fin de obtener repetitividad en los experimentos debido a que este punto es importante para determinar la concentración de pH en una muestra.

## AGRADECIMIENTOS

Este proyecto fue apoyado por el Consejo Nacional para la Ciencia y la Tecnología (Conacyt) con la beca 213921/206655.

## REFERENCIAS

- Ashiri, R., Nemati, A., & Ghamsari, M. S. (2014). Crack-free nanostructured Ba-TiO<sub>3</sub> thin films prepared by sol-gel dip-coating technique. *Ceramics International*, 40(6), 8613-8619.
- Bahadur, H., Srivastava, A. K., Chandra, R., & Chandra, S. (2008). Effect of sol strength on growth, faceting and orientation of sol-gel derived ZnO nanostructures. *Sensors Journal*, 8(6), 831-836.
- Chiappini, A., Chiasera, A., Berneschi, S., Armellini, C., Carpentiero, A., Mazzola, M., Moser, E., Varas, S., Righini, G. C., & Ferrari, M. (2011). Sol-gel derived photonic structures: fabrication, assessment, and application. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 60(3), 408-425.
- Ebelmen, M. (1846). Sur les combinaisons des acides borique et silicique avec les éthers. *Annales de Chimie et de Physique*, 1(8), 129-166.
- Graham, T. (1864). On the properties of silicic acid and other analogous colloidal substances. *Journal of the Chemical Society*, 17, 318-327.
- Hench, L. L., & West, J. K. (1990). The Sol-Gel Process. *Chemical Reviews*, 90(1), 33-72.
- Jeffrey, C., & Scherer, G. W. (1990). *Sol-Gel Science, the physics and chemistry of sol-gel processing*. Boston, San Diego, New York, London, Sydney, Tokyo, Toronto: Academic Press, INC.
- Kayani, Z. N., Afzal, A., Saleemi, F., Riaz, S., & Naseem, S. (2014). Structural, Optical, and Magnetic Properties of Cobalt-Doped Dip Coated ZnO Films. *Transactions on Magnetics*, 50(8), 1-4.
- Kayani, Z. N., Khan, E. S., Saleemi, F., Riaz, S., & Naseem, S. (2014). Growth and Characterization of Iron Oxide Nanocrystalline Thin Films via Sol-Gel Dip Coating Method. *Transactions on Magnetics*, 50(8), 1-4.
- Klein, L.C. (1998). *Sol-Gel technology for thin films, fibers, performs, electronics and specialty shapes*. Park Ridge, New Jersey, USA: Noyes publications.
- Messori, M., Toselli, M., Pilati, F., Fabbri, E., Fabbri, P., & Busoli, S. (2003). Poly (caprolactone)/silica organic-inorganic hybrids as protective coatings for poly (methyl methacrylate) substrates. *Surfeca Coatings International Part B*, 86(3), 181-186.
- Nguyen, H. T., Miao, L., Tanemura, S., Tanemura, M., Toh, S., Kaneko, K., & Kawasaki, M. (2004). Structural and morphological characterization of anatase TiO<sub>2</sub> coating on x-Alumina scale fiber fabricated by sol-gel dip-coating method. *Journal of Crystal Growth*, 271(1-2), 245-251.
- Nima technology (n.d.). *Manual de Nima Dip Coaters-DCmono*. Recuperado el 6 de junio de 2014 de [www.brownwaite.com/download/i/mark\\_dli/u/4012060545/4597676240/Dip%20coaters%20broch.pdf](http://www.brownwaite.com/download/i/mark_dli/u/4012060545/4597676240/Dip%20coaters%20broch.pdf)
- Sakka, S. (2005). *Sol-Gel science and technology, processing characterization and applications*. New York, Boston, Dordrecht, London, Moscow: Kluwer Academic Publishers.
- Wang, B., Huang, J., Li, M., & Zhou X. (2008). Multifunctional sensing film used for fiber optic cholesterol sensor. *Proceedings of Society of Photographic Instrumentation Engineers*, 7278, 72780Q\_1-72780Q\_12.