BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

LICENCIATURA EN INGENIERÍA EN MATERIALES

"EL MÉTODO SOL GEL APLICADO EN LA SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ESTAÑO"

TESIS PARA LA OBTENCIÓN DE GRADO EN
INGENIERÍA EN MATERIALES

Presenta

MARIANA ROMERO JUÁREZ
201735058

Asesores

DR. RÉNE PÉREZ CUAPIO
Director de tesis
(FIQ-BUAP)

DR. JOSÉ ALBERTO ALVARADO GARCÍA
(CIDS-BUAP)

Julio 2023

Ingeniería en Materiales

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA **CTC03**

Autorización de Impresión de Tesis

Ingeniería Química	( )	
Ingeniería Ambiental	( )	Matrícula: 201735058
Ingeniería en Alimentos	( )	
Ingeniería en Materiales	(x)	

Al C. Sustentante Mariano Romero Juárez

De acuerdo a la **presentación y revisión** de la **tesis:**

El método sol gel aplicando en la síntesis de nanopartículas de oxido de estaño.

se aprueba la impresión y empastado de la misma.

Jurado de examen profesional:

Firma

Presidente: Dr. Miguel Angel García Castro

Secretario: Dra. María de Lourdes Saldaña Blanco

Vocal: Dr. René Pérez Cuapio

Fecha de examen: 23 de junio del 2023

H. Puebla de Zaragoza a 15 de junio de 2023.

AGRADECIMIENTOS:

A LA FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA DE DONDE OBTUVE LOS CONOCIMIENTOS NECESARIOS PARA PODER LLEGAR A ESTE MOMENTO. (FIQ-BUAP).

A LA BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA

(BUAP).

AL CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN DISPOSITIVOS SEMICONDUCTORES POR PERMITIRME UTILIZAR SUS LABORATORIOS PARA LA REALIZACIÓN DE ESTA TESIS (CIDS-BUAP).

A MIS ASESORES:

Dr. René Pérez Cuapio

Y

Dr. José Alberto Alvarado García

Sin ustedes y sus virtudes, paciencia y constancia este trabajo no lo hubiese logrado tan fácil. Sus consejos fueron siempre útiles cuando no salía de mi cabeza las ideas para escribir lo que hoy he logrado. Muchas gracias por todas las horas de trabajo extra que dedicaron, pero, sobre todo, gracias por compartir su conocimiento y orientación.

A mis padres, Luz María García Ávila y Víctor Romero Márquez (Q.E.P.D.):

Por todos los sacrificios que tuvieron que hacer día con día para que yo pudiera obtener este logro, en especial a mi madre por siempre depositar su confianza en mí, ser siempre un soporte y decir todas las palabras que necesitaba cada que sentía que no podía más, has sido siempre el motor que impulsa mis sueños y esperanzas.

A mi hermano, Víctor Jesús Romero García:

Quien a pesar de ser más pequeño ha sido siempre un ejemplo y guía para mí. Gracias por estar presente en cada paso de mi vida y por ser mi apoyo en este proceso, que este logro sea solo uno de los muchos que nos veremos alcanzar juntos.

A mi novio, Carlos Alfredo Vega Aguilar:

La ayuda que me has brindado ha sido de suma importancia, has estado a mi lado en los momentos más turbulentos, siempre apoyándome. Este proyecto no fue nada fácil y aun así siempre me motivaste y me ayudaste hasta donde tus alcances lo permitían. Muchas gracias, amor.

A mis amigos, José Armando Mex Chin, Karla Yetzenia Gonzales Martínez, Jonathan Cruz Campuzano, Jocelyn Itzel Soto Gonzales y María José Ramírez Mendoza, Thania Fabiola García Alfonso:

Por hacer mi vida universitaria una experiencia llena de felicidad y momentos que recordar con gran calidez, por ser mi familia mientras estuve lejos de casa y ayudarme a descubrir que siempre se puede necesitar y recibir ayuda de alguien más.

ÍNDICE

Planteamiento del problema. 7
Planteamiento del problema. 11
Hipótesis. 14
Objetivo general. 14
Objetivos específicos. 14
Estructura de la tesis. 15
Capítulo 1 Marco teórico. 16
1. Nanotecnología y nanopartículas. 16
1.1. Nanopartículas de óxidos metálicos. 19
1.2. El SnO_2. 20
1.2.1. Características ópticas de las nanopartículas de óxido de estaño. 22
1.2.2. Propiedades eléctricas y conductividad de las nanopartículas de óxido de estaño. 23
1.2.3. Estabilidad de nanopartículas de óxido de estaño. 24
1.2.4. Modificación de superficies de nanopartículas de óxido de estaño. 25
1.2.5. Nanocompuestos basados en óxido de estaño. 27
1.2.6. Aplicaciones de las nanopartículas de óxido de estaño. 28
1.2.7. Avances recientes en la síntesis de nanopartículas de óxido de estaño. 31
1.3. Síntesis de nanopartículas de óxido de estaño. 32
1.3.1. Método sol-gel. 34
1.3.1.1. Ventajas y desventajas 35
1.3.1.2. Influencia de los parámetros de síntesis en la formación de nanopartículas 35
1.4. Colorantes. 37
1.5. Procesos de oxidación avanzada (POA). 39
1.5.1. Ventajas e inconvenientes de los POA 40
1.5.2. Fotocatálisis heterogénea 41
Capítulo 2 Desarrollo experimental. 43
2.1. Materiales y reactivos 43
2.2. Método de síntesis 43
Capítulo 3 Métodos de caracterización. 46
3.1. Espectroscopía UV-Vis 46
3.1.1. Fundamentos de la espectroscopía UV-Vis 48

3.1.2. Instrumentación UV-Vis 49
3.1.2.1. Fotómetro..... 50
3.1.2.2. Espectrómetro..... 50
3.1.2.3. Espectrofotómetro..... 50
3.2. Fotoluminiscencia. 51
3.2.1. Luminiscencia 51
3.2.2. Clasificación de la luminiscencia..... 52
3.2.3. Fotoluminiscencia 53
3.3. Difracción de rayos X. 54
3.3.1. Funcionamiento del espectrómetro de rayos X 56
Capítulo 4 Resultados y discusión. 60
4.1. Difracción de rayos X. 60
4.2. Espectroscopia UV-Vis 65
4.3. Fotoluminiscencia. 67
Capítulo 5 Conclusiones. 71
Bibliografía……..73

INTRODUCCIÓN.

Los materiales pueden ser definidos como sustancias (elemento o compuesto químico) que poseen una estructura única, lo que les otorga la cualidad de ser aplicados a un fin en específico, estos pueden ser modificados para conferirles nuevas propiedades. La ciencia de los materiales se dedica principalmente a la búsqueda de conocimientos básicos sobre la estructura interna, propiedades y procesado de los materiales [1]. La ingeniería de materiales está relacionada con el uso de los conocimientos fundamentales y aplicados sobre los materiales, de modo que estos pueden ser convertidos en productos requeridos por la sociedad [1].

Dentro de la clasificación, encontramos los metales, semiconductores y aislantes, los cuales han impactado demasiado en el desarrollo de la sociedad, a tal grado que a la cultura moderna comprendida a partir de la segunda mitad del siglo XX se le denomina la cultura del <<Plástico>> en referencia a los polímeros, con los que se generan muchos productos sin embargo algunos observadores, sugieren que debería llamarse la <<Era del silicio>> dado el gran impacto de los dispositivos electrónicos modernos, basados fundamentalmente de silicio, el cual es un semiconductor [2]. Dos clasificaciones generales de los semiconductores son los elementales, que se encuentran en el grupo IV de la tabla periódica y los compuestos, de los cuales la mayoría se forman a partir de combinaciones de elementos del grupo III y del V.

Existe un conjunto de elementos y compuestos que presentan una importante propiedad eléctrica: la semiconductividad, haciendo así que no sean ni buenos conductores eléctricos ni buenos aislantes, sino que su capacidad para conducir electricidad es intermedia [2].

Algunos ejemplos de semiconductores incluyen el arseniuro de galio (GaAs), empleado generalmente como rectificador donde las altas temperaturas juegan un papel determinante, así como también en la fabricación de diodos láser, En la misma agrupación el sulfuro de cadmio es ampliamente utilizado en la elaboración de celdas solares de bajo costo, en el área de medicina en la creación de astringentes,

y comúnmente presente en pilas recargables, uno más es el óxido de zinc (ZnO), que por sus propiedades ha sido aplicado en diferentes campos como agente o relleno volumétrico y como pigmento blanco, también ha sido utilizado mucho en productos cosméticos y médicos [2]. Finalmente el óxido de estaño (SnO_2) que en los últimos años ha llamado la atención dentro de la comunidad científica por sus grandes propiedades intrínsecas siendo aplicado en celdas solares, como catalizador, en sensores de gases, entre otras [3-5].

El SnO_2 es un semiconductor tipo n, puesto que posee una gran cantidad de vacancias de oxígeno y con ello da lugar a una gran cantidad de electrones dando unas características eléctricas de movilidad (23 $cm^2\ V^{-1}\ s^{-1}$) y conductividad (1.82×10^{-8} S/cm) además de una absorción en una longitud de onda de 344.44 nm
el SnO_2 presenta una sola fase estable principalmente del tipo rutilo (con estructura tetragonal) [6]. Puede considerarse como uno de los óxidos semiconductores más importantes y prometedores en la actualidad, debido a su baja resistividad y alta transmitancia, adicionalmente a estas propiedades, presenta alta dureza y resiste altas temperaturas [7], lo que lo ha llevado a tener otras aplicaciones como: sensores de gas [4], súper capacitores [6], celdas solares [6], película delgada, baterías de ion litio [8], y fotocatálisis.
Este material se ha utilizado en degradación oxidativa de compuestos y contaminantes orgánicos en aguas residuales debido sus propiedades tales como: alta fotosensibilidad, amplio ancho de banda prohibida directa de alrededor de 3.6 eV, alta estabilidad química, excelentes propiedades ópticas y eléctricas, y alta resistencia a medios ácidos y alcalinos comparables a las del óxido de titanio (TiO_2) [4,6,9].

El SnO_2 ha sido sintetizado por diversas rutas, tanto físicas (litografía y molienda) como químicas dentro de las que podemos encontrar a la reducción fotoquímica y radioquímica, baño químico, spray pirólisis, síntesis solvotermal y sol–gel.

El método de sol-gel involucra una suspensión coloidal de partículas donde el precursor puede ser un metal alcóxido como un aluminato, titanato, borato, silicato, tiosulfato, entre los más utilizados [10]. El método sol-gel es una técnica que conduce a la formación de óxidos mediante reacciones inorgánicas poliméricas. Tiene 4 etapas características: hidrólisis, policondensación, secado y descomposición térmica [9]. Este método ofrece distintas ventajas sobre otras técnicas como la hidrotermal, precipitación, microondas, etc. por su excelente control de la composición química, homogeneidad a nivel molecular debido a la mezcla de precursores líquidos y temperatura de cristalización baja. Además, esta técnica es fácil de implementar y es muy económica. Los materiales obtenidos por sol-gel, tienen propiedades tales como estabilidad térmica, baja reactividad química y lo más importante, puede modificarse en el proceso las propiedades del material según las necesidades de la aplicación. El esquema general del proceso sol-gel se muestra en la ilustración 1 [11].

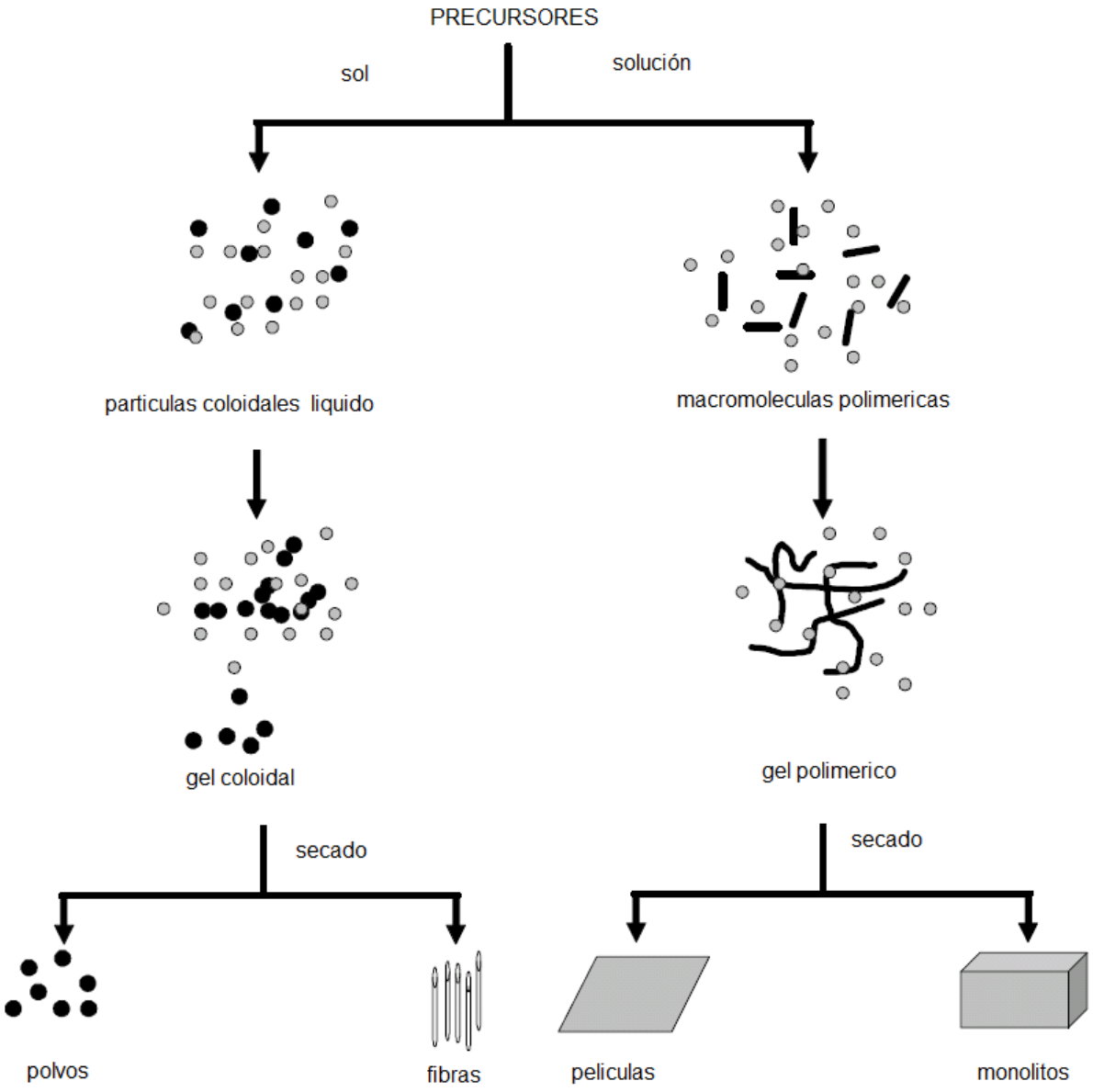

Ilustración 1. Esquema generalizado de la síntesis por sol-gel.

En este trabajo de tesis se sintetizó nanopartículas de SnO_2 con la ayuda del método sol gel buscando optimizar las condiciones de síntesis y así tener un buen control de tamaño de partícula con excelentes propiedades ópticas para su posible aplicación en fotocatálisis.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.

El agua es un recurso natural cuya finitud y vulnerabilidad resultan de fundamental importancia, ya que sin ella no podría existir la vida en el planeta [12]. Si se considera toda el agua que existe en la Tierra, el volumen es asombrosamente enorme, unos 1400 millones de km, sin embargo, de todo ello solamente el 3% es agua dulce y el 70% de este se encuentra en capas de hielo de los polos y en los glaciares [13], reduciendo así el porcentaje de agua apta para el consumo humano. Hoy en día la contaminación del agua se ha visto incrementada con el desarrollo de las actividades humanas las cuales van desde las, ganaderas [14-15], forestales [17], domésticas [18] e industriales [19]. Particularmente las industrias de manufactura han contribuido en esta problemática, entre esas industrias se encuentra la textil, la cual genera una gran cantidad de contaminantes (sales orgánicas, almidón, peróxidos, tensoactivos, enzimas y colorantes) que desechan al medioambiente sin un correcto tratamiento.

Como se menciona en la literatura, la producción anual de colorantes destinados a la industria textil se calcula en promedio en $7x10^7$ toneladas [20], de las que se estima que hasta un 50% termina en las aguas residuales y que son vertidos de forma directa en las afluentes naturales. Por este motivo, es necesario buscar alternativas ecológicas para eliminar estos contaminantes ya que estos son considerados recalcitrantes (se resisten al ataque de los microorganismos o de cualquier mecanismo de degradación, sea biológico o químico) por tener una estructura muy estable químicamente. De acuerdo con esto, su eliminación es complicada a través de métodos convencionales, es por ello por lo que han surgido alternativas o métodos emergentes para su mineralización convirtiéndolos en compuestos más simples como el dióxido de carbono y agua. Entre estas alternativas encontramos los procesos de oxidación avanzada (POA) mediante el uso de materiales semiconductores.

Dentro de los POA encontramos a la fotocatálisis heterogénea asistida por materiales semiconductores. Esta técnica ha demostrado ser una ruta altamente efectiva, simple, de bajo costo y versátil para la eliminación de contaminantes tóxicos y peligrosos (detergentes, colorantes, pesticidas, y compuestos orgánicos volátiles) ofreciendo alternativas completas de mineralización con tecnologías de óxido-reducción bien establecidas, tales como la ozonólisis, oxidación con peróxido de hidrogeno (H_2O_2) por óxidos semiconductores. Varios tipos de fotocatalizadores prometedores tales como: óxido de zinc (ZnO), dióxido de titanio (TiO_2), óxido de hierro (III) (Fe_2O_3), dióxido de zirconio (ZrO_2), óxido de vanadio V (V_2O_5), pentóxido de niobio (Nb_2O_5), el trióxido tungsteno (WO_3), el óxido de estaño (SnO_2), entre otros han sido aplicados activamente en tratamiento de aguas residuales [21].

El uso del SnO_2 como material fotocatalítico bajo irradiación de luz ultravioleta (UV) tanto solar como artificial, se ha convertido en uno de los más eficientes en materia de mineralización de contaminantes presentes en las aguas residuales [22]. Debido a sus propiedades intrínsecas tales como: su amplio ancho de banda de 3.6 eV, excelentes propiedades ópticas, eléctricas, alta resistencia química en medios ácidos y alcalinos comparables al TiO_2 [23]. Diallo et al., reportaron la síntesis de nanopartículas de SnO_2 a dos temperaturas de recocido diferentes de 300 y 450 °C por 2 h. Los resultados de microscopía electrónica de transmisión (TEM) mostraron morfologías cuasi-esférica y esféricas con un rango de tamaño de 3.62–6.34 nm, respectivamente, dichas nanopartículas fueron utilizadas en la degradación de azul de metileno (MB) bajo irradiación de luz ultravioleta, los resultados revelaron una eficiencia de 91.89 y 88.23% después de 180 min, respectivamente [24]. Por otro lado Haritha et al., sintetizaron las NPs de SnO_2 de morfología esférica y un diámetro de 47 nm, resultados de actividad fotocatalítica demostraron una alta eficiencia para la degradación de rojo de Congo [25]. Y en cuanto a Srivastava y Alabama encontraron que se podría lograr una eficiencia máxima de degradación de 94,48% de rodamina (Rh-B) tras la exposición a la luz ultravioleta durante 60 min [26].

El objetivo de este trabajo de tesis es la síntesis de nanopartículas de SnO_2 por el método de Sol-Gel a temperatura ambiente, controlando y disminuyendo el tamaño de partícula, la cual será propuesta para su posible aplicación en la foto-degradación de contaminantes orgánicos.

Hipótesis.

Optimizar las condiciones de síntesis para la obtención de nanopartículas de SnO_2 con control de tamaño de partícula y con excelentes propiedades ópticas.

Objetivo general.

Sintetizar nanopartículas de SnO_2 a través de la técnica de sol-gel a temperatura ambiente.

Objetivos específicos.

- Optimizar las condiciones de síntesis de las nanopartículas de SnO_2 por sol-gel.
- Analizar el efecto del tratamiento térmico post-síntesis de las nanopartículas SnO_2
- Determinar las propiedades estructurales del material obtenido y su correlación con la temperatura post-síntesis mediante difracción de rayos-X (DRX).
- Correlacionar las propiedades ópticas de las nanopartículas a través de espectroscopía ultravioleta-visible (UV-Vis) y fotoluminiscencia (PL) con respecto al tratamiento térmico de las nanopartículas después de la síntesis.

Estructura de la tesis.

El presente trabajo de tesis presenta la siguiente estructura:

En el capítulo uno se presenta el marco teórico necesarios y empleados para el desarrollo de la tesis.

En el capítulo dos se muestra el desarrollo experimental para la síntesis de las nanopartículas de SnO_2.

En el capítulo tres se presentan los métodos de caracterización utilizados en este trabajo de tesis.

En el capítulo cuatro se presentan la discusión de los resultados obtenidos.

Finalmente, en el capítulo cinco se presentan conclusiones derivadas del trabajo de tesis y el trabajo a futuro respectivamente.

Capítulo

1 Marco teórico.

El marco teórico que es presentado a continuación permite conocer los conceptos básicos necesarios para entender del desarrollo de este proyecto de tesis.
Primero partiremos con la definición de la nanotecnología y las nanopartículas con el fin de comprender el impacto que el tamaño tiene las propiedades de nuestro material.
Posteriormente nos adentraremos en las nanopartículas de óxidos metálicos para poder más adelante definir a nuestro material, sus propiedades, como se pueden sintetizar.
Y finalmente hablaremos de sus aplicaciones.

1. Nanotecnología y nanopartículas.

La nanociencia se encarga de estudiar los fenómenos y la manipulación de los materiales a escala nanométrica (10^{-9} m), donde sus propiedades ópticas, mecánicas, eléctricas, etc., son muy diferentes a las del material a escala macrométrica [27]. En la ilustración 2 se muestra un esquema comparativo de diversas escalas de tamaño comenzando en $1x10^{9}$ nm y culminando en 1 nm [28].
La nanociencia es un área emergente de la ciencia que se ocupa del estudio de los materiales de muy pequeñas dimensiones. No puede denominarse química, física

o biología dado que los científicos de este campo estudian un campo dimensional muy pequeño para una mejor comprensión del mundo que nos rodea [29].

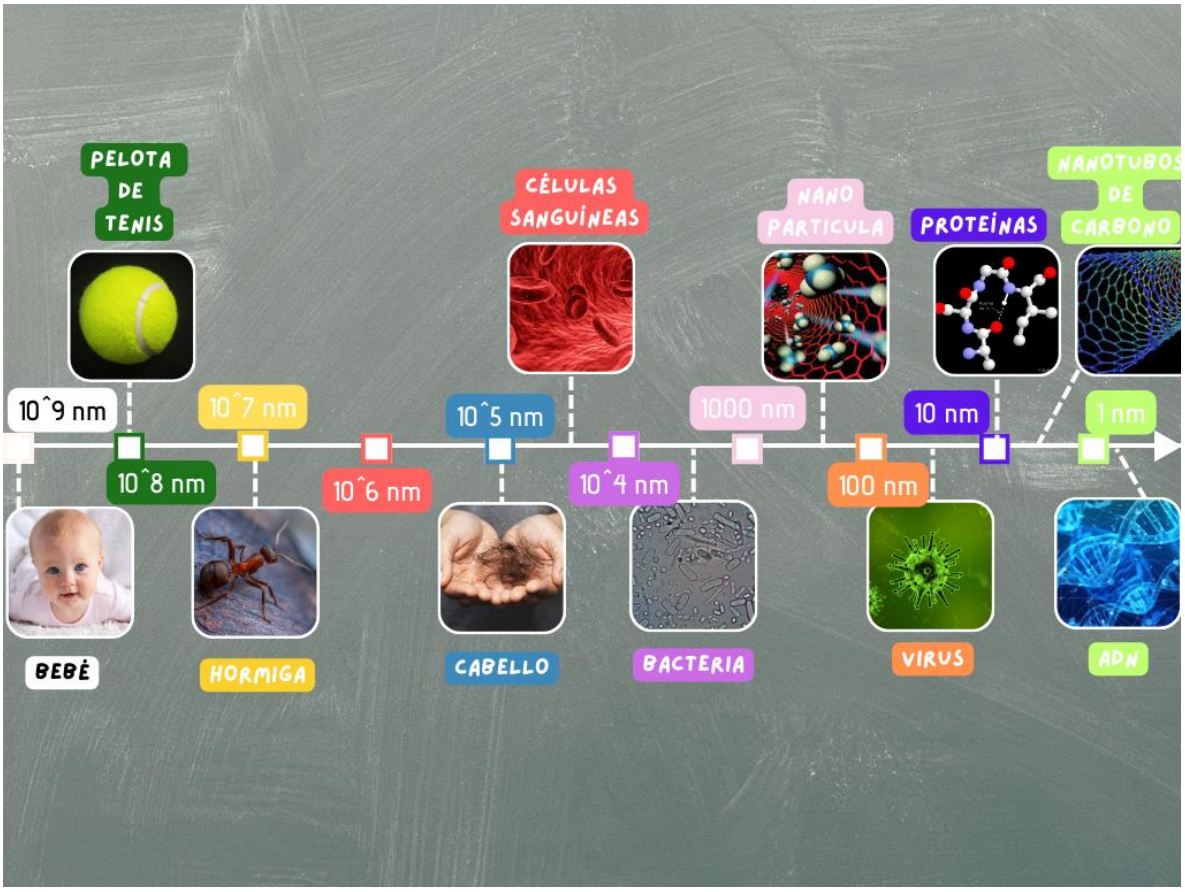

Ilustración 2. Escala nanométrica.

El concepto de nanociencia está conformado por el prefijo griego “nano” significa “enano” y en el campo de la ciencia se refiere a estructuras que equivalen a la mil millonésima parte del metro, gracias a esta propiedad se ha desarrollado la nanotecnología.

La nanotecnología podría definirse como la disciplina centrada en el estudio, diseño, síntesis, manipulación y aplicación de materiales, aparatos y sistemas funcionales, mediante el control de la materia a nanoescala, la explotación de fenómenos y sus propiedades [30]. Por lo tanto, la nanotecnología es un campo de las ciencias aplicadas que se basa en el diseño, caracterización, fabricación y aplicación de

materiales, dispositivos y sistemas mediante el control de la forma y tamaño de las nanoestructuras o nanomateriales [21].

Los nanomateriales han sido clasificados mediante la agencia del medioambiente de los Estados Unidos la cual ha clasificado los nanomateriales en cuatro tipos de acuerdo a sus componentes principales: I) los basados en carbono, II) dendrímeros, III) compuestos y IV) basados en metales. Los basados en carbono con forma elipsoidal o esférica se conocen como fullerenos, mientras que los cilíndricos reciben el nombre de nanotubos. Los dendrímeros son polímeros de tamaño nanométrico construidos a partir de unidades ramificadas, superficie con numerosos extremos de cadena y cavidades interiores en las que se pueden introducir otras moléculas como fármacos. Los compuestos, combinan las nanopartículas con otras o con materiales de mayor tamaño [30]. Y por último los basados en metales incluyen los puntos cuánticos, nanopartículas de oro, plata y óxidos metálicos como el ZnO, TiO_2 y SnO_2 [31,32].

Recientemente la comunidad científica a través de la nanociencia y nanotecnología se ha centrado en la síntesis y estudio de los nanomateriales debido al fuerte impacto que sus aplicaciones están teniendo, por ejemplo, en: medicamentos, descontaminación del agua, semiconductores, etc., además han ayudado en la mejora de técnicas y procesos de producción los cuales son muy importantes en el desarrollo científico y tecnológico. Todo esto, se ha logrado gracias a la colaboración entre investigadores de diferentes áreas al compartir sus conocimientos, técnicas, habilidades y herramientas debido a que se involucran conceptos de más de una disciplina como: química, física, biología, bioquímica, ciencia de los materiales la cual entre otras cosas se encarga de sintetizar nanomateriales, entre ellas las nanopartículas de óxidos metálicos [23].

1.1. Nanopartículas de óxidos metálicos.

En los últimos años el campo de la nanotecnología se ha desarrollado ampliamente enfatizando su estudio, a la síntesis y aplicación de nanomateriales. Entre estos nanomateriales encontramos a los óxidos metálicos (MONs), los cuáles son candidatos prometedores en diversas áreas de la química, la ciencia de los materiales, la física y la biotecnología. Como resultado, los MON tienen excepcionales y ajustables propiedades optoelectrónicas, ópticas, eléctricas, térmicas, magnéticas, catalizadoras, mecánicas y fotoquímicas. Además, los MON tienen una amplia gama de aplicaciones: sensores, células de combustible, baterías, actuadores, supercapacitadores, dispositivos ópticos, piroeléctricos, piezoeléctricos, ferroeléctricos y memoria de acceso aleatorio debido a su excepcional forma y tamaño, que manifiestan propiedades físico-químicas distintivas. También existen aplicaciones potenciales debido a la alta densidad de sitios de superficie y nanoestructuras. Estás son estructuras con tamaños inferiores a 100 nanómetros (es decir $1x10^{-7}$ metros), que pueden ser sintetizadas a partir de diferentes precursores, incluyendo metales, sales y minerales [33].

Estas nanopartículas debido a su composición química, pureza, cristalinidad y a su gran relación área/volumen, presentan propiedades fisicoquímicas nuevas o mejoradas en comparación con partículas macroscópicas del mismo material. Distintos grupos de investigación han sintetizado NPs que presentan diversas morfologías [34,35], incluyendo quasi-esféricas, cúbicas, hexagonales, etc., como se muestran en la ilustración 3 [36]. Dentro de las diversas NPs de óxidos metálicos sintetizados y estudiados tenemos a las de SnO_2 las cuales exhiben propiedades únicas (magnéticas, ópticas, químicas y mecánicas), que son prometedoras para su aplicación en varias áreas científicas, como la electrónica, óptica, fotocatálisis, sensores, medicina, biomedicina, agricultura, medio ambiente, etc.

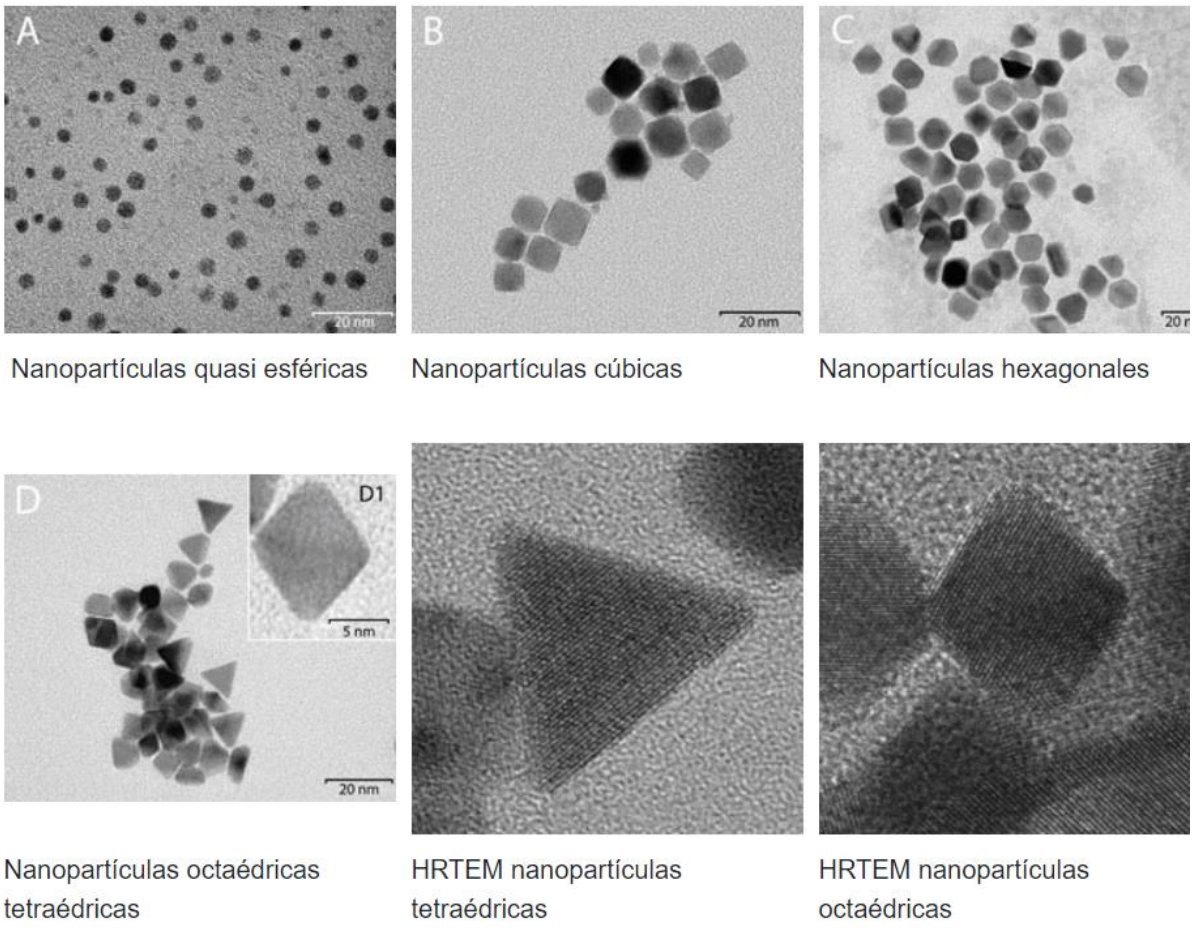

Ilustración 3. Algunas morfologías encontradas en la síntesis de nanopartículas.

1.2. El SnO_2.

Los óxidos pertenecen a un amplio grupo de compuestos binarios, estos resultan de la unión de un metal o no metal con el oxígeno. Existen dos clasificaciones: óxidos ácidos o no metálicos y óxidos básicos u óxidos metálicos, nosotros nos enfocaremos en estos últimos, un oxido metálico es aquel compuesto que posee un punto de fusión elevado, en consecuencia, de la reacción de un metal con el oxígeno. Para que el enlace entre un metal o no metal reaccione con el oxígeno, es necesario que la cantidad de electrones de ambos átomos se estabilicen. La configuración electrónica para el estaño es: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^2 4p^6 4d^{10} 5s^2 5p^2$ y para el oxígeno $1s^2 2s^2 2p^4$, ambos forman el dióxido de estaño reaccionando en presencia de calor mediante la siguiente reacción:

$$Sn + O_2 \rightarrow SnO_2$$

En dicha reacción, cada átomo de estaño se combina con una molécula de oxígeno para así formar la molécula del dióxido de estaño.

El dióxido de estaño es un semiconductor tipo n debido a sus vacancias de oxígeno que actúan como donantes de electrones. Este semiconductor exhibe propiedades intrínsecas tales como: alta fotosensibilidad, amplio ancho de banda prohibida directa de alrededor de 3.6 eV, alta estabilidad química, excelentes propiedades ópticas y eléctricas, y alta resistencia a medios ácidos y alcalinos comparables al TiO_2 [3,37,38], todo esto lo ha llevado a ser aplicado en diferentes áreas incluyendo la fotocatálisis de colorantes orgánicos.

A diferencia de otros, este óxido presenta una sola fase estable principalmente del tipo rutilo (con estructura tetragonal) [38]. La ilustración 4 muestra la estructura cristalina del SnO_2 donde se observa que un átomo central de estaño (Sn) está rodeado por un octaedro ligeramente distorsionado de átomos de oxígeno (O) en cada uno de sus vértices.

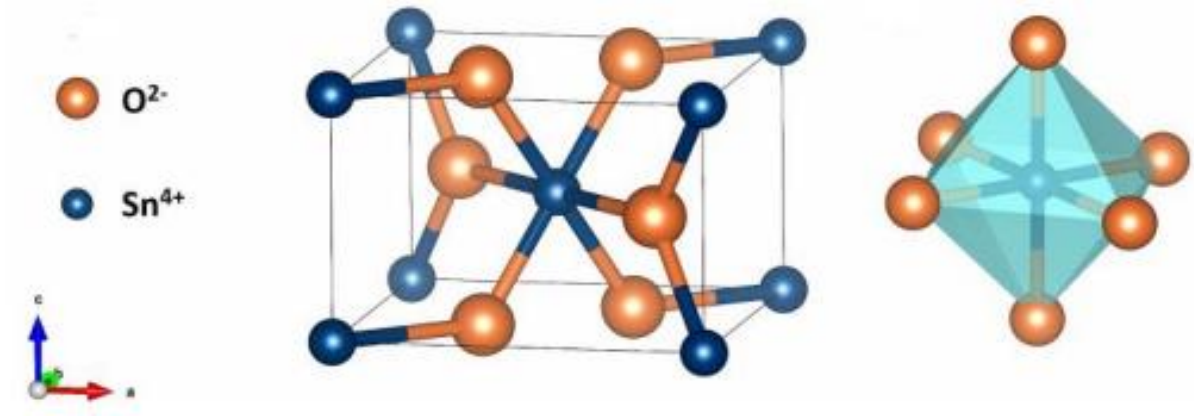

Ilustración 4. Estructura cristalina del rutilo SnO_2

1.2.1. Características ópticas de las nanopartículas de óxido de estaño.

Las nanopartículas de SnO_2 presentan propiedades de dispersión a la luz, la refracción hace que las ondas de luz se propaguen con una velocidad menor que en el espacio libre. Esta reducción de la velocidad conduce a la flexión de los rayos de luz en las interfaces descritas por la ley de refracción de Snell. La refracción, en sí misma, no afecta la intensidad de la onda de luz a medida que se propaga. Debido a que tienen un tamaño comparable a la longitud de onda de la luz visible, lo que les confiere la capacidad de dispersar la luz incidente. La dispersión puede depender del tamaño y la forma de las partículas, lo que a su vez puede afectar el color y la intensidad de la luz dispersada [22].

Además, pueden exhibir propiedades de absorción y emisión de luz. La absorción ocurre durante la propagación si la frecuencia de la luz está en resonancia con las frecuencias de transición de los átomos en el medio. En este caso, el haz se atenuará a medida que avanza. La transmisión del medio está claramente relacionada con la absorción, porque solo se transmitirá la luz no absorbida. La luminiscencia es el nombre general que se le da al proceso de emisión espontánea de luz por parte de átomos excitados en un material en estado sólido. Una de las formas en que los átomos pueden promoverse a estados excitados antes de la emisión espontánea es mediante la absorción de luz.

Dependiendo de su tamaño, estructura y composición, pueden absorber y emitir luz en diferentes rangos del espectro electromagnético [39]. Esta capacidad de absorción y emisión se debe a los efectos de confinamiento cuántico y a las transiciones electrónicas en las partículas. También pueden mostrar propiedades de fluorescencia y fosforescencia. Estas partículas pueden emitir luz con una longitud de onda diferente a la de la luz absorbida, lo que resulta en una emisión de luz de mayor longitud de onda [40].

1.2.2. Propiedades eléctricas y conductividad de las nanopartículas de óxido de estaño.

Este óxido exhibe propiedades semiconductoras, lo que significa que su conductividad eléctrica está en un rango intermedio entre la conductividad de los metales y la de los aislantes. Su alto valor de conductividad(1.82×10^{-8} S/cm) [40], es lo que las hace excelente candidato para una amplia gama de aplicaciones en biosensores, nanopartículas catalíticas, sustratos para aplicaciones Raman, entre otras [42]. La conductividad eléctrica del SnO_2 depende de varios factores, incluyendo el tamaño de las partículas, la pureza del material y la presencia de impurezas dopantes [42].

El tamaño de las nanopartículas de SnO_2 juega un papel importante en sus propiedades eléctricas. Se ha observado que las partículas más pequeñas tienden a exhibir una mayor conductividad debido a su mayor proporción de superficie en relación con su volumen, disminuyendo la transferencia de cargas y provocando una mayor movilidad de los electrones en las partículas [43].

La pureza del material también es un factor crucial. Las impurezas y defectos en la estructura cristalina del SnO_2 pueden afectar negativamente su conductividad eléctrica. Por lo tanto, es importante obtener nanopartículas de SnO_2 de alta pureza para maximizar su conductividad [42].

La introducción de pequeñas cantidades de impurezas dopantes en la estructura cristalina del SnO_2 puede modificar su conductividad eléctrica. Estudios previos han demostrado que el antimonio (Sb) promueve la formación de vacantes de Sn y la acumulación de cargas libres, lo que conduce a un aumento significativo de la conductividad del SnO2; cuando esto sucede, el nivel de Fermi se acerca aún más a la banda de conducción, lo que lleva a requerir una menor energía para que los electrones que se encuentran en el nivel de Fermi salten a la banda de conducción [43].

La conductividad de las nanopartículas de SnO_2 también puede verse influenciada por su entorno y las condiciones de funcionamiento. Por ejemplo, la temperatura, la humedad y la presencia de otros agentes externos [43].

1.2.3. Estabilidad de nanopartículas de óxido de estaño.

La estabilidad coloidal de estas partículas es un aspecto crucial para tener en cuenta, ya que estas poseen áreas superficiales muy grandes en comparación con sus masas relativas y, por este motivo, presentan un exceso de energía superficial que es comparable a la energía de red, la que las hace termodinámicamente inestables.

Si dos partículas se encuentran a distancias cortas, estas se atraerán una a la otra mediante las fuerzas de Van der Waals, lo que conducirá irremediablemente a la formación de aglomerados, a no ser que exista alguna fuerza que pueda contrarrestar esta interacción. Por ello, es necesaria la adición de un agente estabilizante que pueda prevenir la formación de partículas de mayor tamaño [32].

La interacción de las nanopartículas de SnO_2 con el medio ambiente es otro factor importante que puede influir en su estabilidad. Las nanopartículas pueden estar expuestas a diversos agentes, como la humedad, la temperatura, los gases y los productos químicos presentes en su entorno [32].

Para comprender mejor la estabilidad de SnO_2, se han realizado investigaciones y análisis utilizando técnicas de caracterización avanzadas. Esto incluye técnicas como la microscopía electrónica de transmisión (TEM por sus siglas en inglés), la difracción de rayos X (DRX), la espectroscopía de fotoelectrones de rayos X (XPS) y la espectroscopía Raman [29]. Estos métodos permiten estudiar la estructura, morfología y propiedades químicas de las nanopartículas, proporcionando información importante sobre su estabilidad. Comprender la estabilidad de las nanopartículas de SnO2 es esencial para optimizar su uso en diversas aplicaciones y garantizar su rendimiento a largo plazo. Esto permite el desarrollo de estrategias adecuadas de manipulación, almacenamiento y protección para preservar la

estabilidad y funcionalidad de las nanopartículas en diferentes condiciones y entornos [3].

1.2.4. Modificación de superficies de nanopartículas de óxido de estaño.

La modificación de la superficie de las nanopartículas de SnO_2 es un área de investigación en desarrollo constante que busca mejorar y adaptar las propiedades de estas partículas para aplicaciones específicas. Este proceso implica las características superficiales de las nanopartículas y se pueden utilizar diversas estrategias y técnicas para lograrlo [5].

Se han utilizado diferentes estrategias, como la modificación de la superficie y la interfaz mediante el control de la morfología y el tamaño de las partículas, materiales compuestos o de acoplamiento, dopaje de metales de transición, dopaje no metálico, codopaje (metal-metal, metal-no metal, no metal-no metal), deposición de metales nobles y sensibilización de la superficie por colorantes orgánicos y complejos metálicos, para mejorar las propiedades fotocatalíticas [44].

Otra estrategia utilizada es la aplicación de recubrimientos en la superficie de las nanopartículas. Estos recubrimientos pueden consistir en diferentes materiales, como polímeros, compuestos orgánicos o inorgánicos, que se depositan sobre la superficie de las partículas. Los recubrimientos pueden tener múltiples funciones, como mejorar la estabilidad, proteger las partículas de la degradación, facilitar su dispersión en diferentes medios o proporcionar una superficie con propiedades específicas, como hidrofobicidad o hidrofilicidad controlada [5]. Esto motivó una síntesis de nanocoloides SnO_2–C. En este método, los precursores de SnO_2 (K_2SnO_3) y carbono (glucosa) se tratan juntos en condiciones hidrotermales, en las que la glucosa no sólo sirve como fuente de carbono, sino que también facilita precipitación de SnO_2. Las nanoesferas de SnO_2–C preparadas son 100 nm de tamaño y bastante uniforme (ilustración 5. A y B) [9].

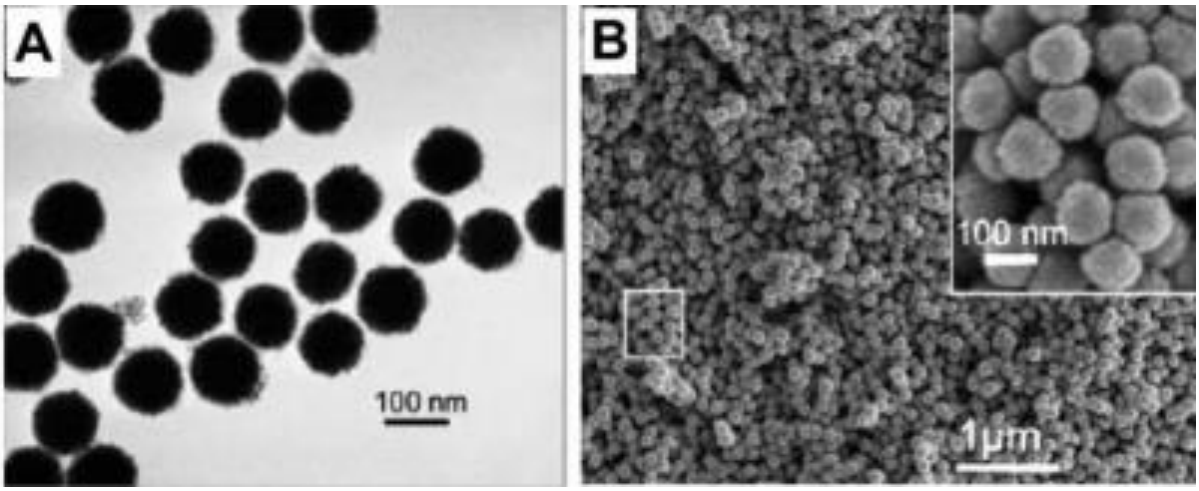

Ilustración 5. (A, B) micrografías SEM y TEM.

Además, se pueden emplear técnicas de modificación física de superficies, como la irradiación con láser o plasma, para alterar la estructura y composición superficial de las nanopartículas de SnO_2. Estas técnicas pueden permitir la eliminación de impurezas, la generación de defectos controlados o la modificación de la rugosidad de la superficie, lo que puede tener un impacto significativo en las propiedades y aplicaciones de las partículas [38].

La modificación de superficies de las nanopartículas de SnO_2 es un proceso adaptable y depende en gran medida de las necesidades y requisitos específicos de la aplicación. Al adaptar las características superficiales de las partículas, se pueden lograr mejoras, como una mayor estabilidad, una mejor dispersión en diferentes medios, una mayor afinidad con otros materiales o una respuesta selectiva a estímulos específicos. Estas modificaciones superficiales permiten aprovechar al máximo el potencial de las nanopartículas de SnO_2 en diversas áreas, como la catálisis, la fotocatálisis, la electrónica, los sensores y muchas otras aplicaciones tecnológicas [38].

1.2.5. Nanocompuestos basados en óxido de estaño.

Los nanocompuestos basados en óxido de estaño (SnO_2) son materiales que combinan las propiedades del óxido de estaño con otras sustancias, como polímeros, metales u otros materiales nanoestructurados. Estos nanocompuestos presentan propiedades únicas y mejoradas en comparación con los materiales individuales, lo que los hace atractivos para diversas aplicaciones [45].

Los nanocompuestos basados en SnO_2 se pueden obtener mediante diferentes métodos de síntesis, como la incorporación de nanopartículas de SnO_2 en una matriz polimérica o el depósito de SnO_2 sobre una superficie de otro material nanoestructurado [19]. Estos métodos pueden combinar las propiedades del óxido de estaño con las del otro compuesto para así mejorar sus características.

Una de las áreas de aplicación más comunes para los nanocompuestos basados en SnO_2 es la electrónica y los dispositivos semiconductores. La alta conductividad y la buena estabilidad química del SnO_2 hacen que sea un candidato prometedor para su uso en dispositivos electrónicos, como transistores de película delgada, diodos emisores de luz (LED) y pantallas táctiles [45]. En la ilustración 6 se muestra una imagen SEM donde podemos notar como se presenta una fase única, haciendo así que se necesiten menores concentraciones de dopantes en comparación con otros varistores basados en óxidos metálicos como el ZnO que presenta una fase de espinela y fases intergranulares que dificultan el control de su estructura morfológica y sus propiedades eléctricas, aspecto que resulta muy importante si se considera el costo de los dopantes [46].

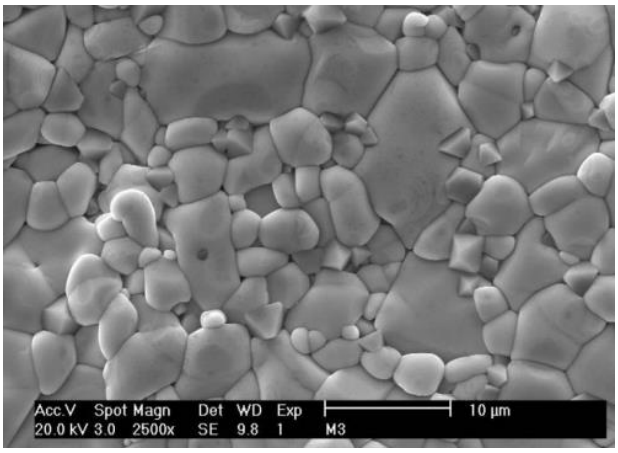

Ilustración 6. Película característica de los varistores de SnO_2.

Otra área de interés es la catálisis y la purificación de gases. Los nanocompuestos que combinan SnO_2 con materiales pueden exhibir una mayor actividad catalítica y selectividad en otras reacciones químicas, como la reducción de contaminantes en gases de escape de vehículos o el hidrógeno de compuestos orgánicos en procesos de purificación de aire [45].

Los nanocompuestos basados en SnO_2 también se encuentran aplicaciones en sensores y dispositivos de detección. La alta sensibilidad del SnO_2 a ciertos gases y sustancias tóxicas permite su uso en sensores de gas y detectores de humo. La incorporación de SnO_2 en una matriz polimérica o la modificación de su superficie con moléculas sensibles puede mejorar aún más la capacidad de detección y selectividad de estos dispositivos [45].

1.2.6. Aplicaciones de las nanopartículas de óxido de estaño.

Las nanopartículas de SnO_2 tienen aplicaciones significativas en la electrónica y en los dispositivos semiconductores.

Entre algunas de las diferentes aplicaciones del SnO_2 encontramos las celdas solares. En la ilustración 7 podemos observar un diagrama esquemático para el proceso de elaboración de la celda solar, donde se aplicó el SnO_2, debido a que

este tiene la capacidad para actuar como capa transportadora de electrones mientras que, por otro lado, actúa como capa ventana dejando pasar el rango visible de la luz. Por ello en celdas solares al SnO_2 lo encontramos como: películas antirreflejantes, contactos transparentes, fotoelectrodo, electrodos o recubrimientos protectores, contribuyendo en la mejora de la eficiencia y el rendimiento de dichos dispositivos fotovoltaicos [22].

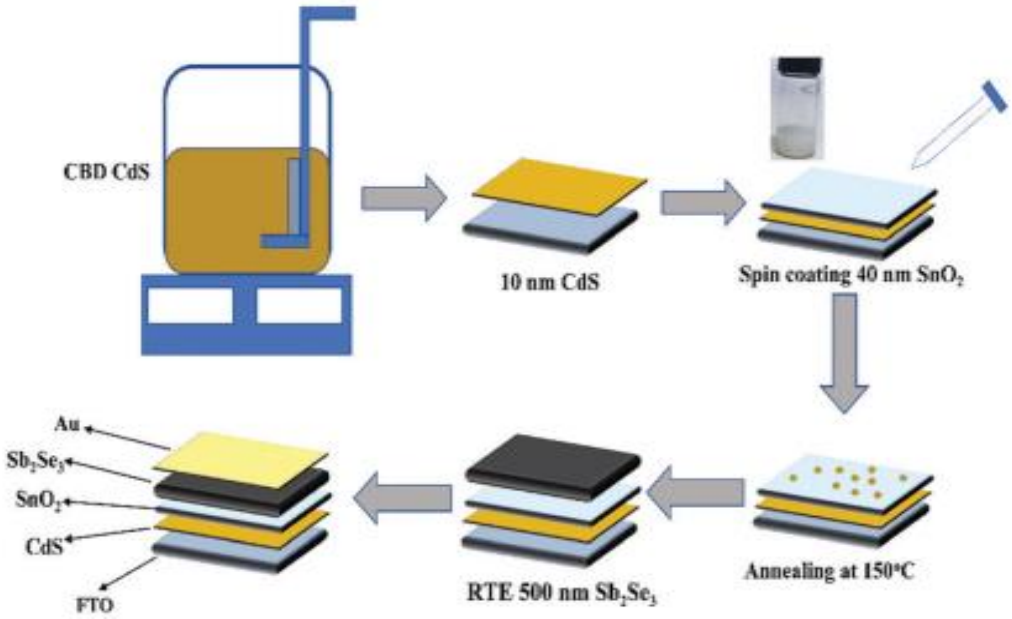

Ilustración 7. Diagrama esquemático del proceso de fabricación para el Sb_2Se_3 basado en CdS/SnO_2.

Además, debido a la alta sensibilidad, selectividad y capacidad del SnO_2 para interactuar con diferentes sustancias este material ha demostrado propiedades valiosas en la detección de gases, humedad, temperatura, compuestos orgánicos volátiles y biomarcadores. En la ilustración 8 podemos ver un ejemplo de un sensor sinterizado tipo Taguchi donde vemos como material principal al SnO_2 [47]. Estos detectores y dispositivos tienen aplicaciones en una amplia gama de industrias, desde seguridad industrial y monitoreo ambiental hasta aplicaciones médicas y de diagnóstico [5].

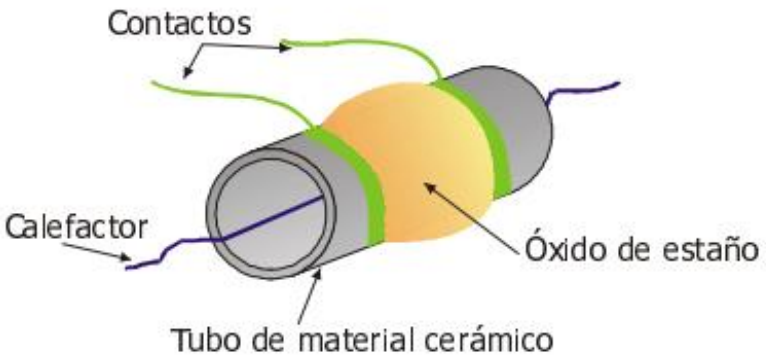

Ilustración 8. Estructura de un sensor sinterizado tipo Taguchi.

Asimismo, las nanopartículas de SnO_2 tienen aplicaciones en la catálisis y los procesos de purificación de agua. Su capacidad para reaccionar químicamente, descomponer contaminantes orgánicos y generar especies reactivas de oxígeno las hace valiosas en la eliminación de contaminantes y en la purificación del agua. Estas aplicaciones tienen un impacto significativo en la mejora de la calidad del agua y en el tratamiento de aguas residuales, contribuyendo a la protección del medio ambiente y la humana [5]. En la ilustración 9 podemos ver un fotocatalizador de SnO_2 con Cu_2O utilizado en la conversión de CO_2 [48].

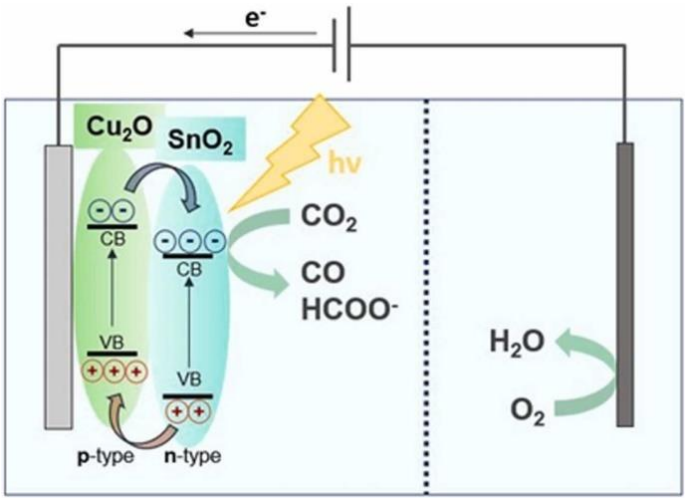

Ilustración 9. fotoelectrocatalizador de Cu_2O-SnO_2.

Además, su alta conductividad, alta movilidad de carga y propiedades ópticas únicas las hacen adecuadas para la fabricación de transistores de película delgada, pantallas electrónicas, dispositivos optoelectrónicos, electrónica flexible, entre otras.

Debido a sus propiedades de absorción, pueden capturar selectivamente la energía de la luz y convertirla en calor. Esta propiedad puede ser utilizada en aplicaciones como la generación de calor en sistemas de calentamiento solar y en terapias de hipertermia [40].

Las nanopartículas de SnO_2 pueden tener propiedades de dispersión y refracción de la luz. Estas partículas pueden cambiar la dirección y la velocidad de la luz al pasar a través de ellas, lo que puede ser utilizado en aplicaciones como lentes ópticas, filtros y dispositivos de modulación de luz [22].

Por todo esto las aplicaciones del SnO_2 contribuyen al desarrollo de dispositivos electrónicos más eficientes, versátiles y con mejores características de rendimiento [22].

1.2.7. Avances recientes en la síntesis de nanopartículas de óxido de estaño.

En los últimos años, se han logrado avances significativos en la síntesis de nanopartículas de óxido de estaño (SnO_2), lo que ha permitido obtener partículas con propiedades mejoradas y controladas. Estos avances han sido posibles gracias al desarrollo de nuevos métodos de síntesis como la asistida por microondas y ultrasonido, en medios acuosos, por surfactante y la síntesis por plasma [32].

Se ha explorado el uso de técnicas asistidas por microondas y ultrasonido de alta frecuencia para lograr una síntesis más eficiente y rápida de nanopartículas de SnO_2. La aplicación de microondas permite un calentamiento uniforme y controlado de la muestra, lo que promueve la formación de partículas de tamaño reducido y alta pureza en tiempos de reacción más cortos. De manera similar, el uso de ultrasonido ha demostrado mejoras significativas en la dispersión y estabilidad

coloidal de las partículas, facilitando la formación más homogénea y controlada de las nanopartículas [49].

También, se ha observado un aumento en el interés por la síntesis de nanopartículas de SnO_2 en medios acuosos. Esta orientación más ecológico y sostenible utiliza precursores hidrosolubles y técnicas de hidrólisis y condensación en presencia de agua. La síntesis en medios acuosos permite obtener nanopartículas bien dispersas y estables en agua, lo que facilita su posterior procesamiento y aplicaciones en entornos acuosos [49].

Otra área de avance ha sido la síntesis asistida por surfactante. La adición de surfactantes durante la síntesis de nanopartículas de SnO_2 ha demostrado ser eficaz para controlar el tamaño y la forma de las partículas. Los surfactantes actúan como agentes estabilizantes y modificadores de superficie, impidiendo la aglomeración y promoviendo la formación de partículas bien dispersas y mono dispersas [40].

Además, se han explorado métodos de síntesis por autocombustión, como la molienda mecánica y la síntesis por plasma. Estos métodos aplican energía mecánica o térmica intensa a la muestra, lo que promueve la reducción de las partículas de tamaño nanométrico [32].

1.3. Síntesis de nanopartículas de óxido de estaño.

La síntesis de nanopartículas SnO_2 se puede realizar mediante varios métodos químicos dentro de los que se encuentran el método de precipitación, coprecipitación, microemulsión y sol-gel [22]. Estos métodos ofrecen diferentes opciones y condiciones para la obtención de las nanopartículas deseadas.

Un método comúnmente utilizado es el de precipitación, donde los precursores de estaño se disuelven en un solvente y se precipitan mediante la reducción de un agente precipitante. Este proceso permite controlar el tamaño y la forma de las nanopartículas [37].

Otro método utilizado es la coprecipitación, en el cual se agregan precursores de otros metales junto con los iones de estaño en la solución. Esto da lugar a la formación de nanopartículas de SnO_2 dopadas con otros elementos metálicos, lo que permite ajustar las propiedades de las partículas según las necesidades específicas [37].

El método hidrotermal se basa en la reacción química de los precursores de estaño en una solución acuosa a altas temperaturas y presiones controladas. Este proceso proporciona condiciones favorables para el crecimiento y la formación controlada de las nanopartículas de SnO_2 [38].

En el método de reducción térmica, se utilizan agentes reductores para reducir los precursores de estaño a altas temperaturas, lo que conduce a la formación de nanopartículas de SnO_2. Este método permite un control más preciso del tamaño y la morfología de las partículas obtenidas [22].

Además, el método de microemulsión implica la formación de una microemulsión que contiene los precursores de estaño. A partir de esta estructura coloidal, se induce la reacción química para la formación de las nanopartículas de SnO_2. Este enfoque ofrece un control preciso del tamaño y la dispersión de las partículas resultantes [38].

Estos métodos de síntesis de nanopartículas de SnO_2 ofrecen diferentes direcciones para obtener partículas con características específicas. La elección del método depende de las propiedades deseadas de las nanopartículas y las necesidades particulares de la aplicación en cuestión. Al explorar métodos, se abre un amplio campo de posibilidades para desarrollar materiales con propiedades únicas y diversas aplicaciones como lo es el sol-gel [22].

1.3.1. Método sol-gel.

El método sol-gel ofrece distintas ventajas sobre otras técnicas por su excelente control de la composición química, homogeneidad a nivel molecular debido a la mezcla de precursores líquidos y temperatura de cristalización baja. Además, esta técnica es fácil de implementar, de usarse y resulta muy económica. Los materiales obtenidos por sol-gel, tienen propiedades tales como estabilidad térmica, baja reactividad química y lo más importante, se pueden realizar modificaciones en el proceso que permiten ajustar las propiedades fisicoquímicas de acuerdo con las necesidades de la aplicación.

La síntesis de dispersiones coloidales de materiales inorgánicos y orgánico-inorgánicos híbridos se produce principalmente mediante el método sol-gel en solución acuosa. Estas dispersiones coloidales se pueden utilizar para producir polvos, fibras, películas delgadas y películas monocapas. El proceso fundamental para la síntesis de dispersiones coloidales es el mismo, aunque la fabricación de diferentes formas requiere consideraciones específicas [50].
Un coloide es una suspensión en la que la fase dispersa es tan pequeña (1-100 nm) que las fuerzas de gravitación son insignificantes y las interacciones están dominadas por fuerzas de corto alcance, como la atracción electrostática y Van Der Walls. El movimiento Browniano se produce porque la inercia de la fase dispersa es lo suficientemente pequeña. Un sol se hace rígido cuando su viscosidad aumenta suficientemente, generalmente como resultado de la pérdida parcial de la fase líquida. Este material duro se conoce como "gel". Un gel es un sólido con al menos dos fases donde una fase sólida forma una red rígida con poros de submicrones (<10-6m) que atrae e inmoviliza a una fase líquida y cadenas poliméricas de longitud superior a un micrómetro.
Un proceso típico de sol-gel consiste en la hidrólisis y condensación de los precursores [50].

1.3.1.1. Ventajas y desventajas.

La tabla 1. Enumera algunas de las ventajas y desventajas al utilizar este método de síntesis.

Tabla 1. Ventajas y desventajas del método sol-gel

VENTAJAS	**DESVENTAJAS**
Son fáciles de preparar y bajo costo.	Las NPs debido a su tamaño pequeño pueden causar problemas de inhalación y muchas enfermedades graves.
Procesos eficientes.	Existen pocos estudios sobre la toxicidad de las NPs en el medio ambiente.
Las NPs obtenidas a través de este enfoque son bien definidas con tamaños y morfologías deseadas.	
Ayuda a la prevención de residuos.	
No requieren altas temperaturas.	
Emplean uso de materias primas renovables y accesibles.	
Producción de NPs a gran escala.	

1.3.1.2. Influencia de los parámetros de síntesis en la formación de nanopartículas

La formación de nanopartículas se ve influenciada por una serie de parámetros durante el proceso de síntesis. Estos parámetros desempeñan un papel crucial en la obtención de nanopartículas con propiedades específicas y deseadas. Al ajustar y controlar estos parámetros, es posible obtener partículas con tamaño, formas y distribuciones adecuadas para diversas aplicaciones [51].

Uno de los parámetros clave es la selección de precursores. Los precursores utilizados en la síntesis determinan la composición química de las nanopartículas

resultantes. Diferentes precursores pueden tener afinidades químicas distintas y reaccionar de manera única durante la síntesis, lo que influye en el tamaño y la estructura de las partículas formadas [52].

La relación molar de los reactivos también es importante. Como se muestra en la ilustración 10, donde se muestran los cambios morfológicos en el SnO_2 debido a la modificación de la cantidad de reactivo utilizado. La proporción entre los reactivos utilizados afecta la velocidad de reacción, la nucleación y el crecimiento de las nanopartículas. Una relación molar adecuada puede favorecer la formación controlada de partículas con características deseadas [52].

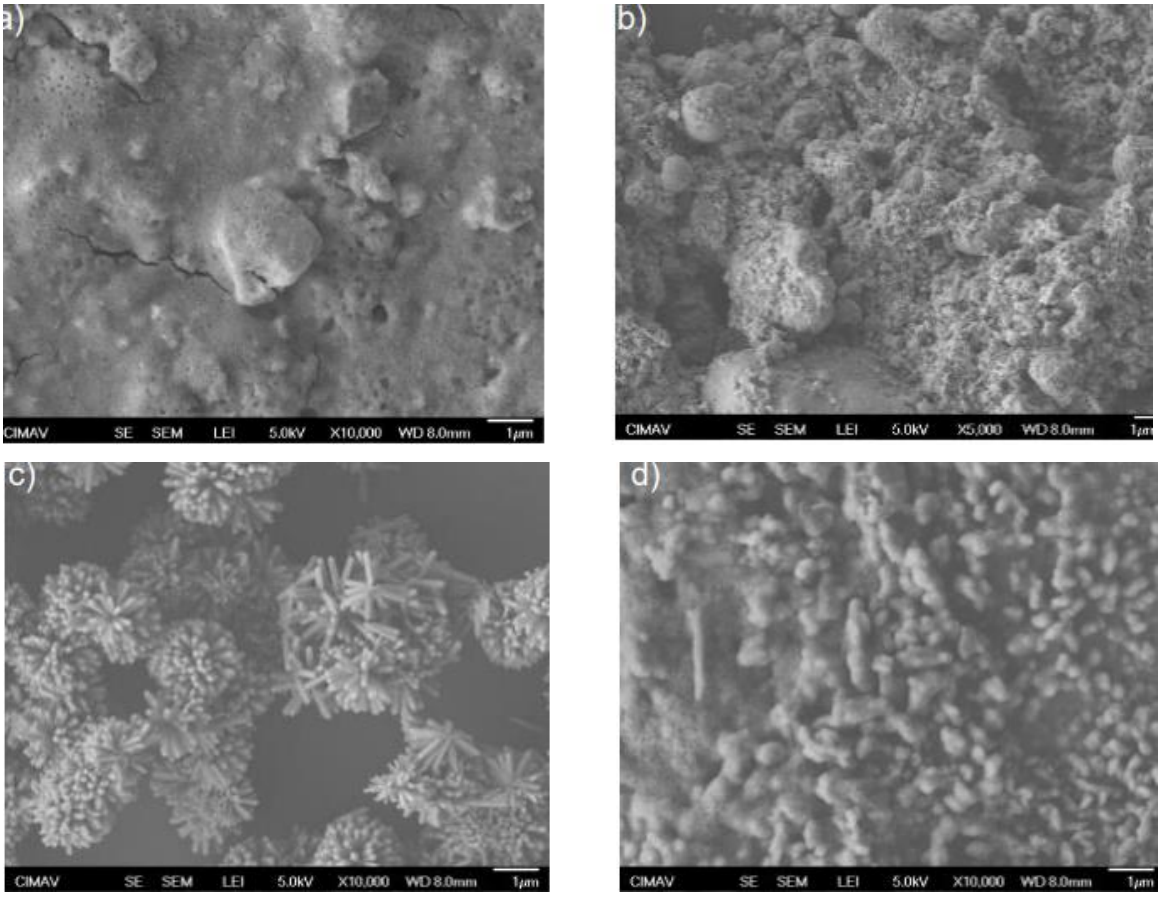

Ilustración 10. Imágenes SEM mostrando los cambios morfológicos del SnO2 observados al modificar la cantidad de reactivo NaOH a) 0.18, b) 0.36, c) 0.54 y d) 0.72 gramos.

La temperatura y el tiempo de reacción son parámetros críticos que desprenden la cinética de formación de las nanopartículas, está influye en la velocidad de reacción, la nucleación y el crecimiento de las partículas, mientras que el tiempo de reacción determina la duración y el grado de transformación de los reactivos en nanopartículas [51].

La concentración de reactivos juega un papel importante. Una concentración adecuada de reactivos puede favorecer la nucleación y el control de crecimiento de las nanopartículas. Una concentración demasiado alta o baja puede tener efectos negativos en la formación y estabilidad de las partículas [51].

El pH del medio de reacción y las condiciones de reacción, como la presión y el tipo de disolvente, también son factores influyentes. Estas condiciones pueden afectar la estabilidad coloidal, la nucleación y el crecimiento de las partículas, así como su cristalinidad y morfología [51].

La presencia de agentes estabilizantes y modificadores de superficie durante la síntesis puede tener un impacto significativo en la formación y estabilidad de las nanopartículas, estos pueden ayudar a controlar el tamaño, la dispersión y la forma de las partículas, así como prevenir la aglomeración no deseada [52].

1.4. Colorantes.

Un colorante es una sustancia soluble, capaz de teñir y dar un nuevo color a un tejido, alimento, papel, plástico, etc., estos pueden ser de origen natural o sintético (ver ilustración 11).

Los colorantes naturales pueden derivarse de plantas (Árbol Kamala (amarillo-naranja), Gatechu (café), Planta Indigofera (azul)), insectos/animales (Cochinilla (rojo), orina de vaca (amarillo), Cañadilla Murex brandaris (púrpura)) y minerales (Arsénico (verde), Carbón (negro), Cobalto (azul)), estos son generalmente menos alergénicos y tóxicos que los colorantes sintéticos y generan aguas residuales que pueden ser tratados por biodegradación.

a) b)

Ilustración 11. colorantes a) naturales y b) artificiales.

Los colorantes sintéticos son compuestos orgánicos que son hidrosolubles o solubles en aceite. Las estructuras químicas de los colorantes son diversas, por ejemplo: colorantes azo y nitro, colorantes de ftalocianina y diarilmetano, todos estos con propiedades químicas y físicas muy diferentes [20]. Anualmente se producen alrededor de $7x10^7$ toneladas de colorantes sintéticos para la industria textil en todo el mundo y casi el 10% del colorante se descarga al medio ambiente como afluente después de teñir. Además, es importante mencionar que hasta el 50% de los colorantes utilizados no se fijan a la fibra textil y llegan a persistir como contaminantes en fase líquida [53].

Los colorantes, son compuestos orgánicos con tres grupos esenciales en sus moléculas: el cromóforo, el auxocromo y la matriz [20].

El sitio activo del colorante es el cromóforo, puede resumir la localización espacial de los átomos que absorben energía luminosa. Las moléculas que contienen cromóforos se encuentran ampliamente en la práctica quirúrgica, con colorantes sintéticos ganando popularidad sobre los adjuntos ópticos endógenos. El cromóforo consta de grupos de átomos, los más comunes de los cuales son nitro (–NO_2), azo (–N=N–), nitroso (–N=O), tiocarbonilo (–C=S), carbonilo (–C=O), así como el alquenos (–C=C–). La absorción de ondas electromagnéticas por el cromóforo se debe a la excitación de los electrones de una molécula. La molécula que los

contiene se convierte en cromógeno y tiene posibilidades de teñido sólo por la adición de otros grupos de átomos llamados "auxocromos". Estos grupos auxocrómicos permiten la fijación de los tintes y puede modificar el color del tinte. Pueden ser ácidos (COOH, SO_3 y OH) o básicos (NH_2, NHR y NR_2). El resto de los átomos de la molécula corresponden a la matriz, la tercera parte del tinte. Los tintes textiles contienen grupos funcionales, como carboxílicos, aminas y grupos azo, que no se pueden tratar fácilmente con métodos convencionales [20].

1.5. Procesos de oxidación avanzada (POA).

Los POA involucran la generación y el uso de grupos radicales, principalmente el radical hidroxilo (OH•). Además, la generación de radicales es realizada a partir de oxígeno, agua oxigenada y catalizadores soportados, por lo que los subproductos de la reacción son únicamente agua y dióxido de carbono, hoy en día son una de las tecnologías más utilizadas en el tratamiento de las aguas contaminadas con productos orgánicos recalcitrantes provenientes de industrias (químicas, agroquímicas, textiles, de pinturas, etc.). Entre estos procesos los de mayor perspectiva son los de la fotocatálisis [55].

Los POA están basados en procesos que son capaces de producir cambios en la estructura química de los contaminantes. Dicho proceso involucra la generación y el uso de grupos radicales como el hidroxilo (con un potencial de oxidación E°=2.8 V), el cual se genera por medios fotoquímicos y tiene capacidad de oxidar una gran variedad de contaminantes orgánicos, pudiendo así, mineralizar a los contaminantes si el proceso se prolonga lo suficiente o quedándose en estados de oxidación intermedios que permitan acoplamientos con otros métodos de depuración como procesos biológicos [56]. Estos procesos se observan en la tabla 2, los cuales se pueden clasificar como fotoquímicos y no fotoquímicos.

Tabla 2. Procesos fotoquímicos y no fotoquímicos.

Procesos fotoquímicos	Procesos no fotoquímicos
▪ Oxidación de agua sub/ y supercrítica. ▪ Procesos fotoquímicos. ▪ Fotólisis del agua en el ultravioleta de vacío (UVV). ▪ UV/peróxido de hidrógeno. ▪ UV/O_3. ▪ Foto-Fenton y relacionadas. ▪ Fotocatálisis heterogénea.	▪ Ozonización en medio alcalino (O_3/OH^-). ▪ Ozonización con peróxido de Hidrógeno (O_3/H_2O_2). ▪ Procesos Fenton (Fe^{2-} / H_2O^2) y relacionados. ▪ Oxidación electroquímica. ▪ Radiólisis y tratamiento con haces de electrones. ▪ Plasma no térmico. ▪ Descarga electrohidráulica-Ultrasonido.

1.5.1. Ventajas e inconvenientes de los POA

Algunas de las ventajas de este tipo de tecnologías frente a los métodos convencionales como los procesos biológicos, floculación-precipitación, cloración o adsorción en carbón activo para el tratamiento de aguas residuales industriales son las siguientes:

- No sólo cambian de fase al contaminante (como ocurre en el arrastre con aire o en el tratamiento con carbón activo), sino que lo transforman químicamente hasta la mineralización completa del contaminante [57].
- Descomposición de los reactivos oxidantes en productos inocuos como el dióxido de carbono y el agua [54].
- Capacidad potencial para llevar a cabo una profunda mineralización de los contaminantes orgánicos y oxidación de compuestos inorgánicos hasta

dióxido de carbono. Para que esto ocurra es necesario formar superóxidos protonados ($O^{\bullet -2}$) que formarán radicales hidroxilo altamente reactivos (OH^-), estos producirán peróxido de hidrógeno (H_2O_2), los cuales serán disociados en radicales hidroxilo altamente reactivos [57].

- Son muy útiles para eliminar contaminantes refractarios (surfactantes, fenoles y pesticidas) que resisten otros métodos de tratamiento, como el biológico, en biodegradables. Además, sirven para tratar contaminantes a muy baja concentración [57].

Por otro lado, presentan los siguientes inconvenientes:

- Pueden formar subproductos de reacciones indeseables en algunos casos.
- Necesitan, en algunos procesos, de tiempos de reacción elevados.
- Los costos de inversión y operación pueden ser elevados.
- Es necesario mano de obra especializada [57].

1.5.2. Fotocatálisis heterogénea

La fotocatálisis heterogénea se basa principalmente en el uso de materiales semiconductores empleados como fotocatalizadores, entre los que se encuentran los óxidos metálicos y calcogenuros. Los sólidos semiconductores se caracterizan por poseer una estructura electrónica de bandas, conformada por una banda de valencia (BV) llena de electrones y una banda de conducción (BC) vacía, las cuales están separadas por una brecha o banda de energía prohibida (Eg). Esta estructura de bandas le permite al semiconductor generar pares electrón/hueco (e^-/h^+) cuando el sólido absorbe un fotón con energía hυ de igual o mayor valor que su Eg, en este momento un e^- de la BV es excitado y promovido a la BC, dejando un h^+ en la BV y un e^- excitado en la BC. Los pares e^-/h^+ fotogenerados se difunden hacia la superficie del sólido, donde ocurren diferentes reacciones de óxido-reducción para generar especies de oxígeno reactivo (EOR por sus siglas en español). Aquí los e^- excitados reaccionan con oxígeno molecular para producir el anión superóxido ($O_2^{\bullet -}$), y los h^+ de la BV reaccionan con agua o grupos hidroxilo adsorbidos en la

superficie del material generando radicales hidroxilos (•OH), o con el anión superóxido fotogenerado para producir oxígeno singlete ($^1O_2$), como puede ser observado en las ecuaciones (1-4) [58].

$$\text{Fotocatalizador} + \text{Luz}\ (h\upsilon) \rightarrow\ h^+_{BV} \rightarrow\ e^-_{BC} \quad (1)$$

$$H_2O\ /\ ^-OH + h^+_{BV} \rightarrow\ \bullet OH + H^+ \quad (2)$$

$$O_2 + e^-_{BC} \rightarrow O^{\bullet -2} \quad (3)$$

$$O^{\bullet -2} + h^+_{BV} \rightarrow\ ^1O_2 \quad (4)$$

La generación de estos EOR es esencial para que el proceso fotocatalítico sea llevado a cabo, ya que estas especies de oxígeno presentan suficiente reactividad para entrar en contacto con los contaminantes a través de la interfaz sólido-líquido y proceder a su degradación u oxidación (ver ilustración 12). Por otro lado, es importante tener en consideración que, en ausencia de agentes reductores u oxidantes adsorbidos en el sólido, los pares e^-/h^+ generados pueden recombinarse y el proceso fotocatalítico es inmediatamente inhibido [58].

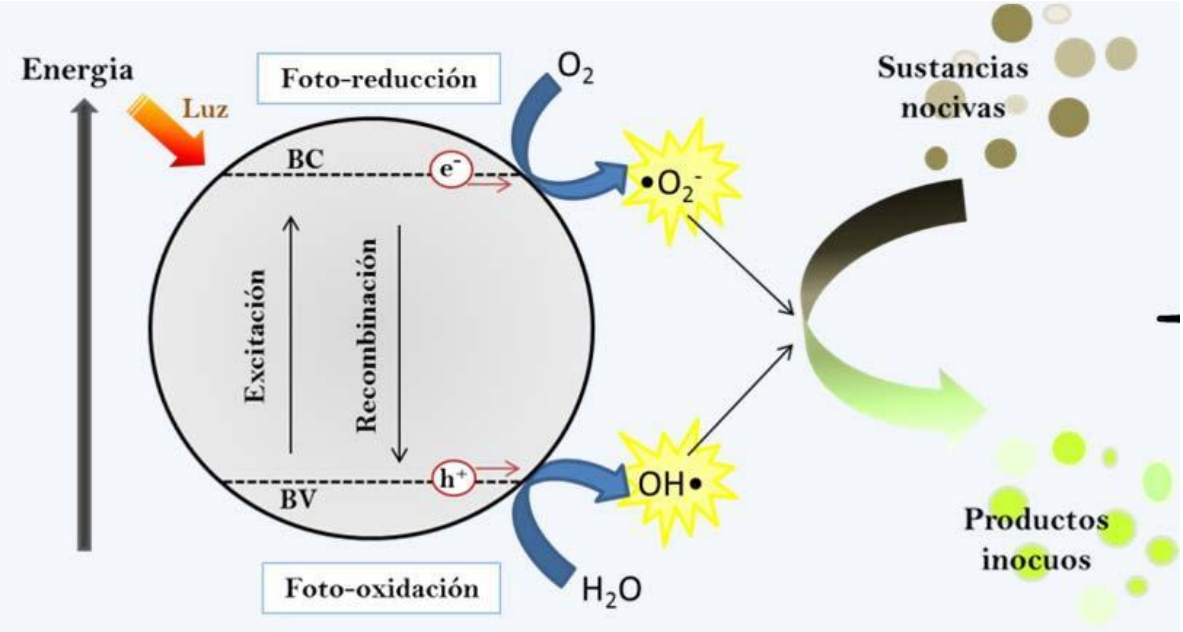

Ilustración 12. Proceso de degradación fotocatalítica.

Capítulo

2 Desarrollo experimental.

Para la obtención de polvos de SnO_2 por sol gel, se utilizó como guía un trabajo reportado por el grupo de investigación en donde se realizó esta tesis [50]. Dicho trabajo nos permitió encontrar los parámetros óptimos tanto en el uso de concentración de reactivos como en el tiempo de síntesis.

2.1. Materiales y reactivos.

A continuación, se presentan los materiales y reactivos utilizados en la síntesis del material:

MATERIALES	REACTIVOS
Vaso de precipitados.	Monoetanolamina.
Probeta.	Metanol.
Pipeta.	Cloruro de estaño.
Agitador magnético.	
Parrilla eléctrica.	
Centrifuga.	
Balanza.	

2.2. Método de síntesis.

Etapa 1: Preparación de la solución.

Para preparar la solución se mezcló la Monoetanolamina (MEA) y el metanol con ayuda de un agitador magnético durante 12 minutos, posteriormente el cloruro de estaño fue disuelto en la mezcla de MEA y metanol a temperatura ambiente. La solución se mantuvo en agitación constante durante 30 minutos, hasta obtener una solución homogénea y lechosa. La concentración del cloruro de estaño fue 0.5 M y la razón molar de MEA con cloruro de estaño fue 1:1.

Etapa 2: Reducción de solvente.

Para reducir el solvente de la solución, esta fue transferida a viales para posteriormente ser colocados en una centrifuga la cual se mantuvo a una velocidad de 15000 revoluciones/min durante 15 min, pasado el tiempo, se retiró la parte liquida de los viales.

Etapa 3: Purificación de polvos.

Los viales que contienen los polvos de SnO_2 reducidos de solvente, redispersados en metanol para ser puestos en la centrifuga nuevamente. Este proceso de purificación fue repetido tres veces.

Etapa 4: Recristalización.

Los polvos purificados fueron tratados térmicamente a 100, 200, 400, 500 y 600°C respectivamente con la finalidad de estudiar la influencia de estas temperaturas con respecto a la cristalización.

El proceso de síntesis se muestra gráficamente en la siguiente ilustración.

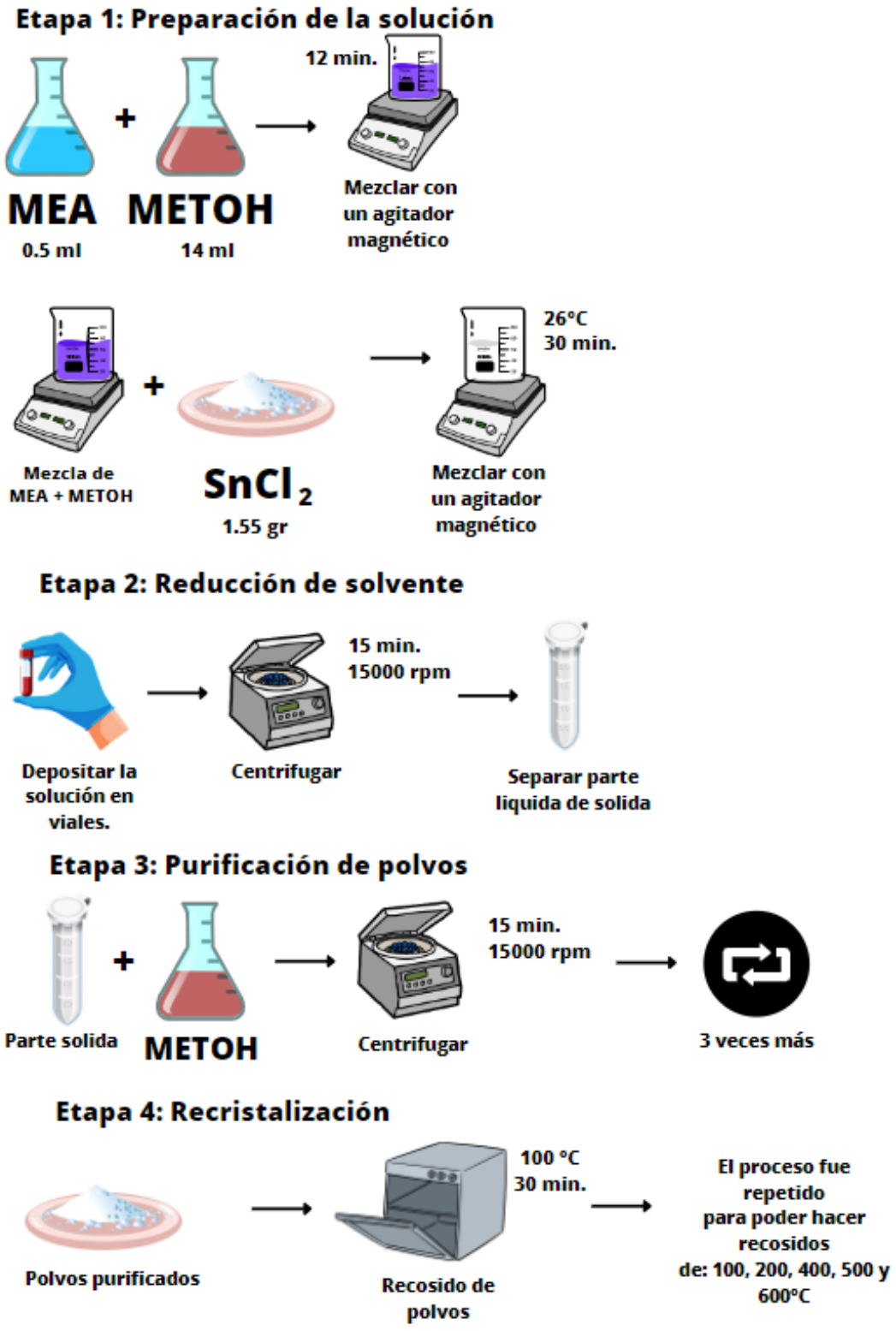

Ilustración 13. Esquema detallado de la síntesis de nanopartículas de SnO2 por el método sol gel.

Capítulo

3 Métodos de caracterización.

La caracterización de los materiales se refiere al procedimiento por el cual se estudian las propiedades del material, entre las técnicas de caracterización podemos encontrar la espectroscopia UV-VIS, Fotoluminiscencia, Difracción de rayos X, etc. Con ellas se puede determinar la naturaleza y aplicación de los materiales.

3.1. Espectroscopía UV-VIS.

Se realizaron mediciones de espectroscopia UV-Vis para determinar la absorbancia de los polvos de SnO_2. Se empleó un espectrofotómetro modelo evolution 600, en un intervalo de longitud de onda de 200 a 800 nm (Ver ilustración 14).

Ilustración 14. Espectrofotómetro evolution 600. Imagen extraída de https://www.equilabo.es/producto/espectrofotometro-uv-vis-evolution-201-control-local-thermo-scientific/

La espectroscopía Ultravioleta Visible (UV-Vis), es una técnica de caracterización no destructiva, en la cuales podemos estudiar propiedades ópticas de los materiales como la absorbancia, transmitancia y reflectancia. Esta técnica también nos permite medir las energías de banda prohibida (Eg) de distintas muestras semiconductoras calculadas por el método Tauc, mediante las cuales se determina la longitud de onda a la cual el material trabaja. En esta técnica se hace incidir fotones con energías que van desde el rango ultravioleta hasta el infrarrojo (~190 nm a 800 nm) sobre una muestra y mediante un monocromador se barre la muestra en este rango a cada longitud de onda (λ). Mientras que del otro lado de la muestra un detector de luz convierte las señales luminosas en señales eléctricas y finalmente, mediante un registrador se observan los espectros de absorción de la muestra analizada. La información generada por esta técnica es presentada en forma de un espectro, la cual muestra la absorbancia (la cual tiene una relación logarítmica inversa a la transmitancia) vs. la longitud de onda. Cada espectro de UV-Vis muestran picos que pueden estar relacionados con la distribución del tamaño de las muestras, la cual se deduce que, si se observan picos estrechos, la distribución de tamaños de las partículas serán más estrechas, por su parte, los picos prominentes de máxima absorción están relacionados con el tamaño de la partícula [40].

3.1.1. Fundamentos de la espectroscopía UV-Vis.

La absorción molecular dentro de la región del ultravioleta visible del espectro depende de la estructura electrónica de cada molécula [59].

La energía absorbida por transiciones electrónicas en función de la frecuencia (v), la longitud de onda λ y el número de onda de la radiación que produce la transición son:

$$\sigma E = h_v = h_C \,/\, \lambda = h_v C$$

Donde:

h es la constante de Planck, y

c la velocidad de la luz

σE es la energía absorbida en una transición electrónica en una molécula desde un estado de energía bajo hasta un estado de energía alto (estado excitado).

La absorción resulta de la diferencia de energía entre el estado básico y el excitado; cuanto menor sea la diferencia de energía, mayor la longitud de onda de absorción. Cuando se tiene un exceso de energía en el estado excitado puede dar como resultado una des asociación o ionización de la molécula. El desprendimiento de energía en forma de luz da por resultado la fluorescencia o fosforescencia.

Cuando la transición va acompañada de un gran cambio en transición, se presenta la absorción intensa. La absorción como $\varepsilon_{max} > 10^4$ es una absorción de alta intensidad; la absorción de baja intensidad corresponde a los valores de $\varepsilon_{max} < 10^3$. Las transiciones de baja probabilidad son transiciones “prohibidas”.

La intensidad de la absorción puede expresarse como transmitancia (T) definida por:

$$T = p \,/\, p_0$$

Donde:

p_0= intensidad de la energía radiante que incide en la muestra e.

p= intensidad de la energía radiante que sale de la muestra [59].

Una expresión que conviene más para la intensidad de absorción es la que se deriva de la ley de Lambert- Beer:

$$\log_{10} = (P_0 \,/\, p) = kcb = A$$

Donde:

k= constante característica del soluto.

c= concentración del soluto.

b= longitud de la trayectoria a través de la muestra.

A= absorbancia.

Cuando c se expresa en moles por litro= A = εcb donde el termino ε se conoce como absorptividad molar.

Si definimos la concentración c del soluto g/litro, la expresión se transforma en $A=a\ b\ c$

Donde a es la absorptividad y la relacionada con la absortividad molar mediante

$$\varepsilon = aM$$

Donde M es el peso molecular del soluto.

La intensidad de la banda de absorción en el espectro ultravioleta se expresa como la absorptividad molar a la máxima absorción, ε_{max} o log ε_{max}. Cuando se desconoce el material absorbente, la absorción se puede expresar de la forma:

$$E_{cm}{}^{\%} = A \,/\, cb$$

Donde

c= concentración en gramos por 100 ml.

b= longitud de la trayectoria a través de la muestra en centímetros [59].

3.1.2. Instrumentación UV-Vis.

Los aparatos diseñados para la medición de absorción o emisión de radiación electromagnética en función de la longitud de onda se denominan:

- Fotómetros.
- Espectrómetros.
- Espectrofotómetros.

3.1.2.1. Fotómetro.

Un fotómetro es un instrumento que genera la relación de los poderes de radiación de dos haces electromagnéticos y utilizan como monocromador simplemente filtros [59].

3.1.2.2. Espectrómetro.

Este es un instrumento con un sistema monocromador con el que se llevan a cabo mediciones de un intervalo espectral. La cantidad que se detecta está en función del poder de radiación y utilizan rejillas difractoras o prismas para realizar la dispersión de la luz. La ilustración 15 muestra el esquema básico de un espectrómetro de UV-Vis [59].

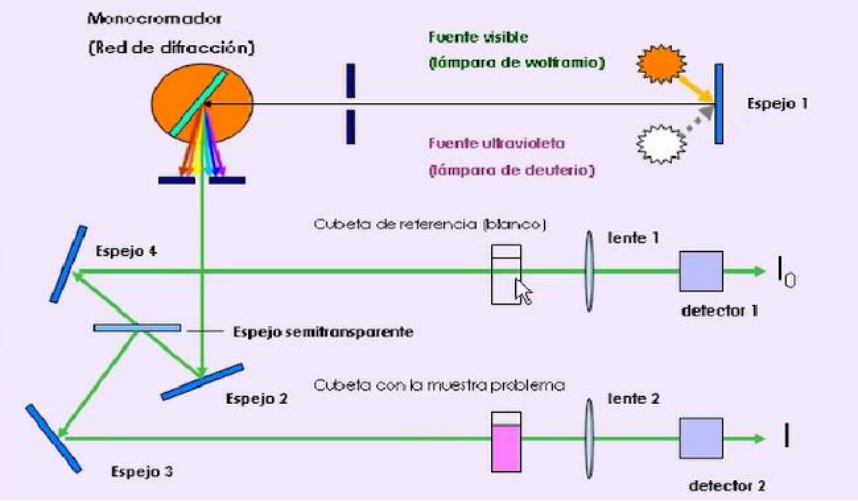

Ilustración 15. Esquema básico de un espectrómetro de UV-Vis.

3.1.2.3. Espectrofotómetro.

El espectrofotómetro es un espectrómetro con un accesorio que proporciona la relación o una función de la relación, del poder de radiación de dos haces electromagnéticos con respecto a la longitud de onda espectral y utiliza rejillas difractoras o prismas para hacer la dispersión de la luz [59].

3.2. Fotoluminiscencia.

El material también fue caracterizado por fotoluminiscencia se realizaron estas mediciones empleando un Espectrofotómetro de Fluorescencia Varian, modelo Cary Eclipse, con una longitud de onda de excitación de 325 nm. En un rango de emisión de 300 a 500 nm (Ver ilustración 16).

Ilustración 16. Espectrofotómetro de Fluorescencia Varian, modelo Cary Eclipse. Imagen extraída de https://www.geminibv.com/labware/varian-cary-eclipse-spectrophotometer/

3.2.1. Luminiscencia.

La luminiscencia es un proceso en el que los materiales emiten radiación no térmica. Depende de las características del tipo de material. Así que brillar significa irradiar la luz, se produce por medios distintos de la combustión y, por lo tanto, se produce a una temperatura más baja que los necesarios para la combustión. El proceso de emisión consta de dos pasos:

La energía incidente hace que los electrones de los tomos del material absorbente se exciten y salten de las orbitas internas de los átomos a las orbitas exteriores. [60]

Cuando los electrones caen de nuevo a su estado original, emiten un fotón de luz [60].

3.2.2. Clasificación de la luminiscencia.

En dependencia de la clase de excitación que produce la luminiscencia se le asignan diferentes nombres, que se señalan por prefijos, así tenemos:

Quimioluminiscencia: Es causada por reacciones químicas, por ejemplo, cuando el fósforo amarillo se oxida en el aire, emitiendo una luminiscencia verde [60].

Bioluminiscencia: Es la emisión de la luz por organismos vivientes, sin calor apreciable. La luz resulta de una reacción química de enzimas y otras ciertas sustancias en los organismos [60].

Roentgenluminiscencia: Es producida por rayos x de alta energía al bombardear ciertos materiales, un ejemplo es la incidencia de los rayos x en una pantalla fluoroscópica [60].

Triboluminiscencia: La luminiscencia que resulta del rompimiento, rascado o despedazado de ciertos materiales; la palabra viene del griego tribu que quiere decir frotar, consiste en la mayoría de los casos en descargas eléctricas que tienen lugar entre las diferentes partes del sólido, cuando estas se separan por acciones mecánicas externas [60].

Cátodoluminiscencia o Electroluminiscencia: y es debida a la excitación por electrones. Tiene lugar cuando ocurren descargas eléctricas en presencia de gases enrarecidos o con vapores de ciertas sustancias. De ahí los llamados rayos catódicos que se utilizan en las pantallas de diferentes tipos de dispositivos como: televisores, computadoras, osciloscopios, radares, etc [60].

Ánodoluminiscencia e ionoluminiscencia: Corresponden a la luminiscencia en ánodos debida a la acción de iones positivos sobre la sustancia. Fotoluminiscencia: Es la emisión de luz producida por ciertos materiales que son irradiados por luz ultravioleta [60].

Sonoliminiscencia: Es la luminiscencia producida por ondas sonoras de ultra altas frecuencias o ultrasonidos [60].

3.2.3 Fotoluminiscencia.

La fotoluminiscencia se refiere específicamente al fenómeno en el cual se dirige luz hacia una muestra, la cual absorbe la luz y transfiere el exceso de energía al material en un proceso llamado "foto-excitación". Una forma en que este exceso de energía puede disiparse en la muestra es a través de la emisión de luz, conocida como fotoluminiscencia. La intensidad y el contenido espectral de esta fotoluminiscencia son medidas directas de varias propiedades importantes de los materiales.

La foto-excitación provoca que los electrones dentro del material se desplacen hacia estados excitados permitidos, como se muestra en la ilustración 17. Cuando estos electrones regresan a su estado de equilibrio, liberan el exceso de energía, que puede o no incluir la emisión de luz [40].

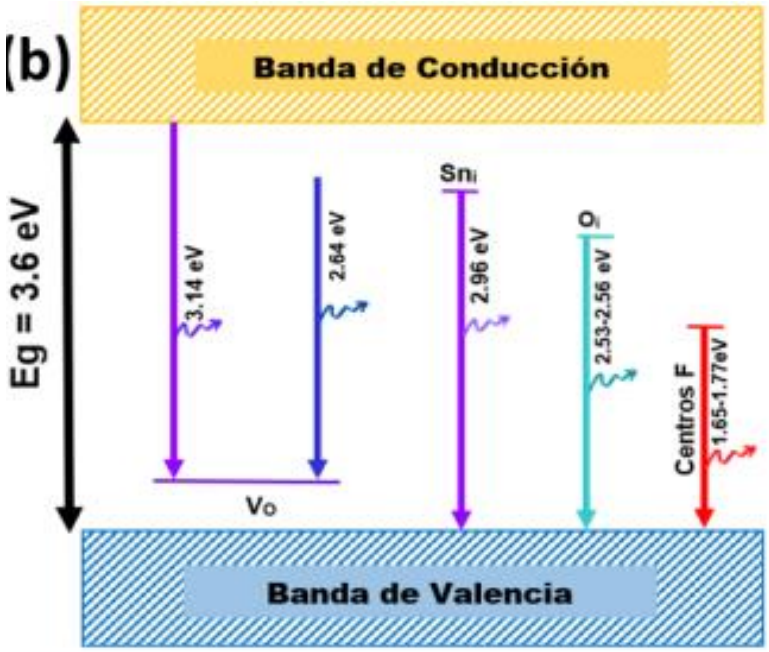

Ilustración 17. Representación esquemática del mecanismo de fotoluminiscencia del SnO_2.

La energía de la luz emitida se conoce como fotoluminiscencia. La fluorescencia y la fosforescencia son similares en el sentido de que la excitación ocurre mediante la absorción de fotones. Por lo tanto, estos dos fenómenos a menudo se agrupan bajo el término más general de fotoluminiscencia [40].

La fotoluminiscencia se basa en un fenómeno físico en el cual un material emite luz cuando se excita con fotones. La señal de PL se genera a través de la recombinación radiativa fotogenerada por un par de electrones y huecos. Como técnica de caracterización, la PL analiza la emisión de luz procedente del material. De manera similar a la catodoluminiscencia (CL), se pueden investigar las recombinaciones radiativas (tanto extrínsecas como intrínsecas) en materiales semiconductores o aislantes [61].

3.3. Difracción de rayos X.

Para determinar la fase cristalina de las muestras de SnO_2 obtenidas se les realizo difracción de rayos-X, para lo cual se utilizó un difractómetro de rayos-X marca Brucker modelo D8 Discover, el cual cuenta con una fuente monocromática de

rayos-X de Cu con línea k_α principal, λ =1.546 Å, que opera a 40kV y 40mA (Ver ilustración 18).

Ilustración 18. difractómetro de rayos-X marca Brucker modelo D8 Discover. Imagen extraída de https://www.bruker.com/es/products-and-solutions/diffractometers-and-x-ray-microscopes/x-ray-diffractometers/d8-advance-family/d8-advance-eco.html

La técnica de caracterización, por difracción de rayos X (DRX) es una herramienta que se utiliza comúnmente en ciencia de materiales para determinar la estructura cristalina de un material. Esta técnica está basada en el fenómeno de la difracción de rayos X en donde, se hace incidir un haz de rayos X sobre el material y se mide el patrón de difracción resultante. El patrón de difracción se analiza para determinar la estructura cristalina del material, incluyendo información sobre la distancia interatómica, la orientación y la posición de los átomos dentro de la red cristalina. La identificación se realiza a partir de un patrón característico para cada compuesto, ya sea natural o sintético, que es como una huella digital. Los materiales se identifican en la base de datos del *International Centre for Diffraction Data* que reporta las condiciones del análisis, así como los perfiles de difracción de polvos,

las distancias interplanares, las intensidades relativas y los índices de Miller, entre otros [63].

La difracción es el resultado de la dispersión de la radiación producida por una disposición regular de los centros de dispersión, cuyo espacio es aproximadamente igual a la longitud de onda de la radiación. En la ilustración 19, se muestra en rango de energía correspondiente a la radiación de rayos X [63].

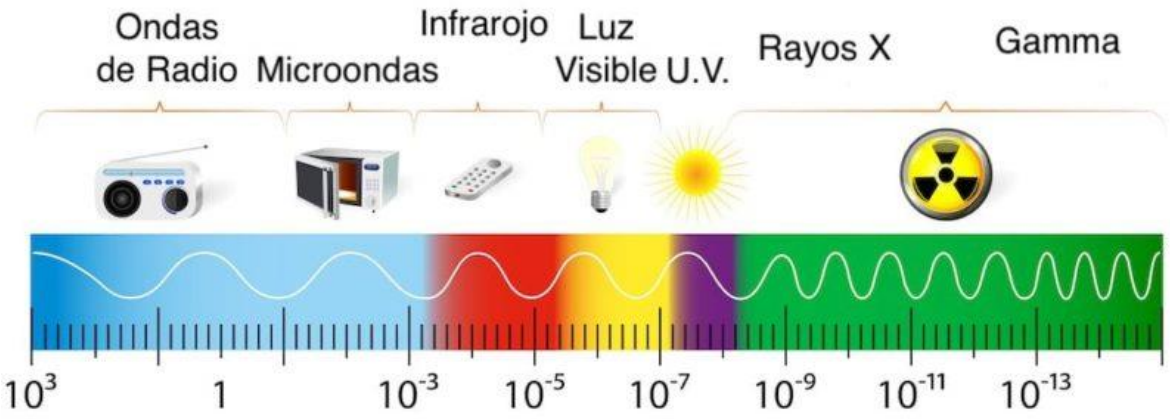

Ilustración 19. Espectro electromagnético.

3.3.1. Funcionamiento del espectrómetro de rayos X.

Para los rayos X, los átomos forman los centros de dispersión y el mecanismo espacial de dispersión es la interacción entre los fotones de la radiación electromagnética y los orbitales electrónicos de los átomos. Para que ocurra la difracción, los rayos X esparcidos a lo largo de los planos cristalinos adyacentes deben estar en fase (ver ilustración 20). De lo contrario, se produce una interferencia de onda destructiva y se observa una pequeña intensidad de dispersión. Si se define la geometría exacta donde ocurre la interferencia constructiva (las ondas dispersas están en fase), la diferencia de trayectoria de los rayos X adyacentes debe ser un

numero entero (η) de la longitud de onda (λ). La relación que muestra esto es la ecuación de Bragg.

$$n\lambda = 2dsen\theta$$

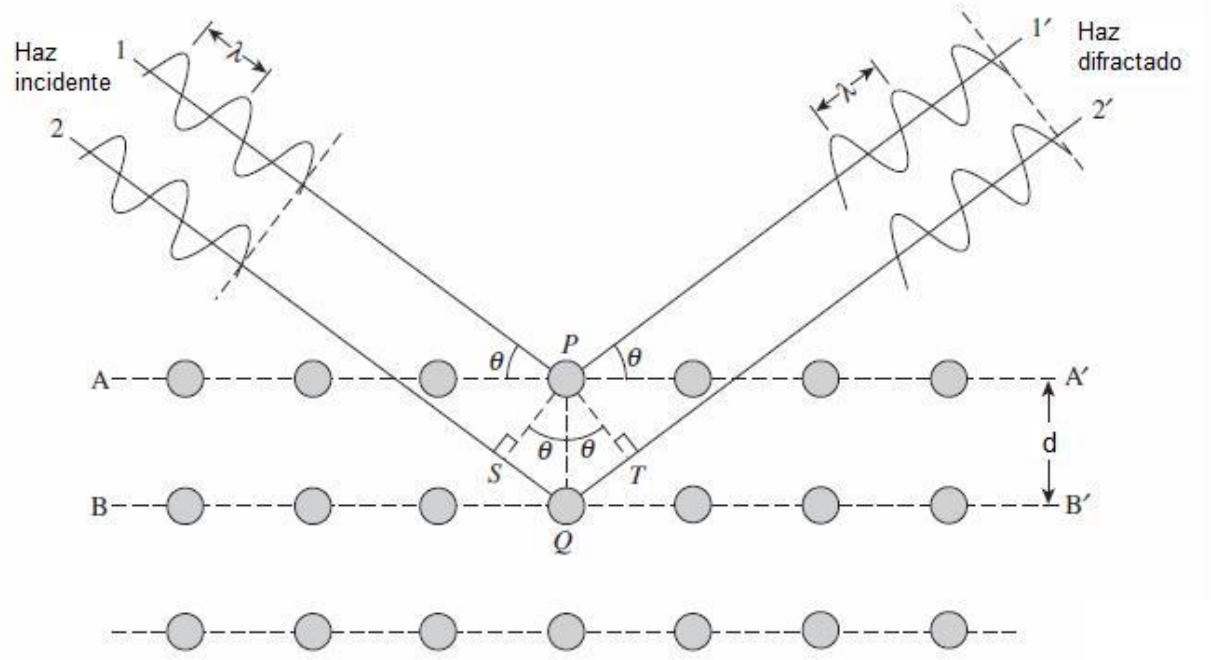

Ilustración 20. Deducción de la ley de Bragg.

La función básica de un difractómetro es determinar la difracción de rayos X de un material y registrar la intensidad de difracción en función del ángulo de difracción (2θ). La ilustración 21, muestra la disposición geométrica de la fuente de rayos X, la muestra y el detector. Los rayos X son producidos por un tubo de rayos X que pasa a través de rendijas especiales que enfocan el haz de rayos X. El haz de rayos X divergente que pasa a través de la rendija choca con la muestra. Antes de entrar en el detector, los rayos X son dispersados por la muestra y forman un haz convergente en la rendija de detección. El haz difractado de rayos X debe pasar a través de un filtro monocromático (o monocromador) antes de ser detectado por un detector. Normalmente, los filtros monocromáticos se colocan en la trayectoria del haz difractado en lugar de la trayectoria del haz incidente. Esta disposición suprime

longitudes de onda distintas de la radiación Ka y también minimiza la radiación generada en la muestra [63].

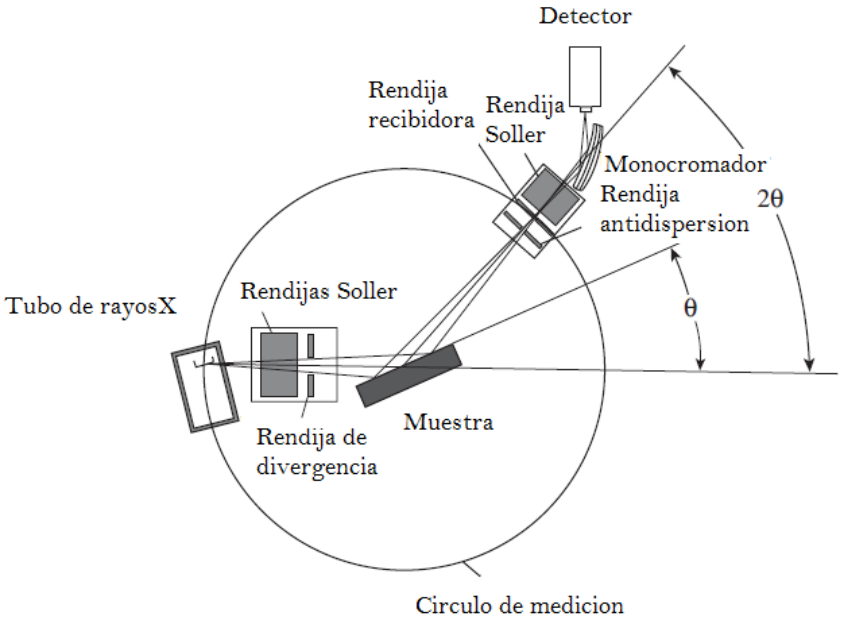

Ilustración 21. Arreglo geométrico de un difractómetro de Rayos X.

El movimiento relativo entre el tubo de rayos X, la muestra y el detector permite registrar la intensidad de difracción en el rango de 2θ. Tenga en cuenta que el ángulo θ no es el ángulo entre el haz incidente y la superficie de la muestra, sino el ángulo entre el haz incidente y el plano del cristal que produce la difracción. Los difractómetros se pueden organizar en diferentes tipos de geometrías para recopilar datos de rayos X. La mayoría de los difractómetros disponibles en el mercado utilizan el mecanismo de Bragg-Brentano, en el que el haz de rayos X incidente se fija y el portamuestras se gira alrededor de un eje perpendicular al plano que se muestra en la ilustración 21 para cambiar el ángulo de incidencia. El detector también gira alrededor de un eje perpendicular al plano del patrón, pero con una velocidad angular dos veces el paso de la muestra para preservar la dependencia angular θ-2θ entre la muestra y la rotación del detector [63].

La técnica DRX se utiliza ampliamente en investigación y desarrollo de materiales incluyendo a los metales, cerámicos, polímeros, semiconductores, materiales compuestos y más [63]. También se están explorando nuevas aplicaciones de la

técnica de DRX en campos como la energía, la biología y la nanotecnología. Además, se están utilizando técnicas avanzadas de análisis de datos y modelado para mejorar la precisión y la interpretación de los resultados de DRX [63].

Las mediciones de espectroscopia UV/Visible y Rayos-X, se realizaron en el Centro de Investigación en Dispositivos Semiconductores (CIDS-ICUAP).

Las mediciones de fotoluminiscencia se llevaron a cabo en el laboratorio central del Instituto de Física de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla (IFUAP).

Capítulo

4 Resultados y Discusión.

En el apartado de este capítulo se presentan los resultados y discusión del análisis de las caracterizaciones estructural y óptica, realizadas a los polvos de SnO_2 obtenidas por el método sol-gel a temperatura ambiente.

4.1. Difracción de rayos X.

En la ilustración 22 se muestran los patrones de difracción para las muestras de SnO_2 tratadas térmicamente desde 100 a 600 °C. Se puede observar en la imagen que las muestras calcinadas desde 100 a 200 °C, muestran una naturaleza amorfa es decir no existe la formación de nanocristales, esto puede ser debido a que no se ha logrado una completa cristalización de las nanopartículas a esa temperatura o porque no ha ocurrido una vaporización completa y/o descomposición térmica del precursor.

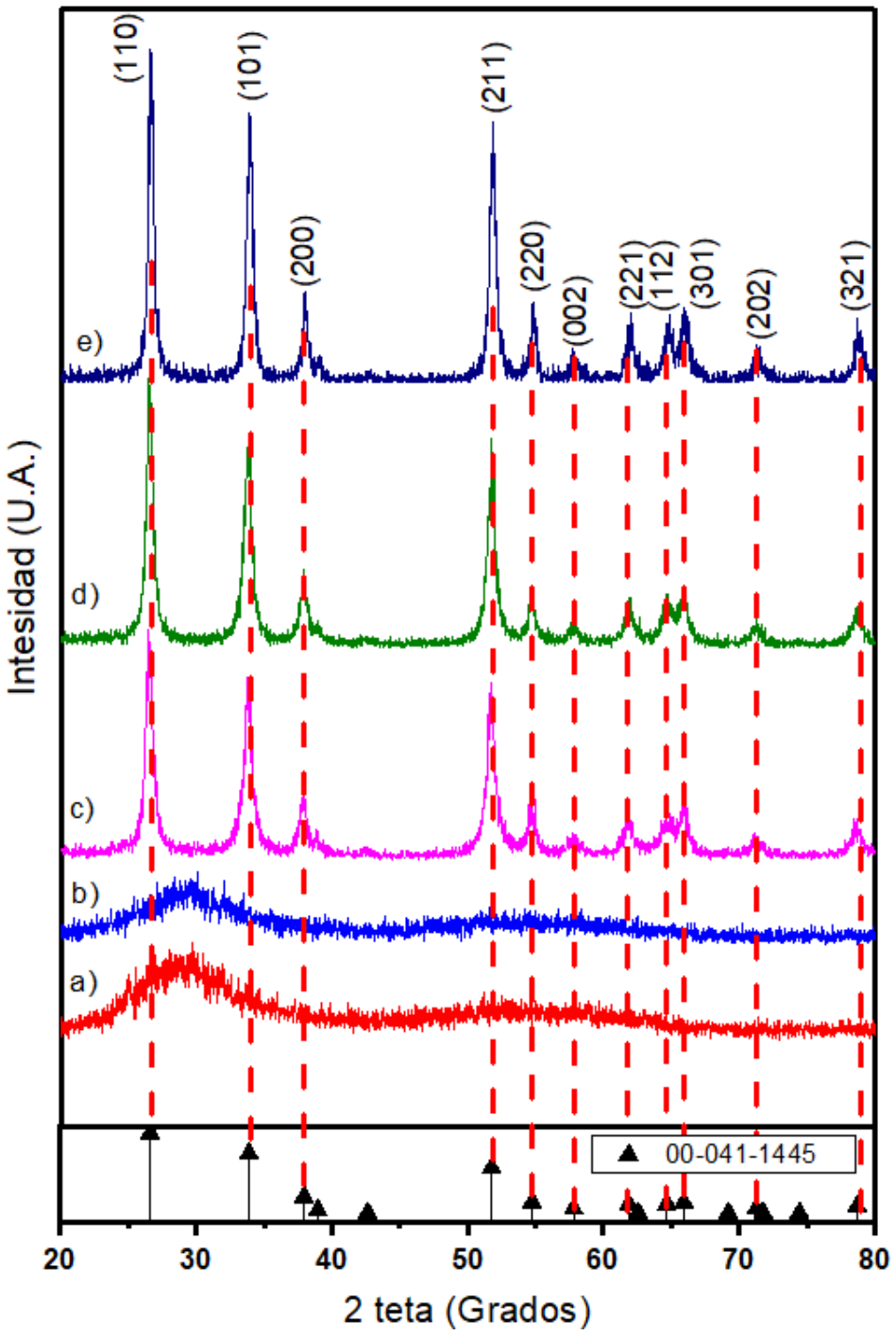

Ilustración 22. Patrones de difracción de rayos x para las muestras de SnO_2 tratadas térmicamente a) 100 °C, b) 200 °C, c) 400 °C, d) 500 °C y finalmente e) 600 °C.

Se ha estudiado y demostrado que para mejorar la cristalinidad de las nanopartículas estas deben tratarse térmicamente a mayores temperaturas [64], debido a que una temperatura más alta aumenta la velocidad de evaporación del solvente y acelerando la velocidad de crecimiento, cuando las temperaturas son más bajas la distancia entre las moléculas es menor, forzando a los minerales a juntarse, creando enlaces y atrapando impurezas en su estructura. De acuerdo con esto las nanopartículas también fueron calcinadas a temperaturas de entre 400 y 600 °C. De los patrones de difracción claramente se puede observar que las muestras calcinadas a partir de 400 °C sufren un cambio en su arreglo atómico, pasando de un estado amorfo hasta formar una estructura policristalina. Como era de esperarse estas muestras presentan estructura tetragonal tipo casiterita de acuerdo con el PDF 00-041-1445 correspondiente al SnO_2. Todos los picos de difracción de las muestras c), d) y e) ubicados en los ángulos 2θ igual a 26.69°, 33.95°, 37.76°, 51.74°, 55.02°, 58.30°, 62.12°, 66.26°, 71.61° y 78.87° corresponden a los planos cristalinos (110), (101), (200), (211), (220), (002), (221), (112), (301), (202) y (321) respectivamente. De estos planos cristalinos, los que presentan mayor intensidad son los que difractan en los planos (110), (101) y (211). En todas las muestras se observa que la posición de los picos y su forma se mantienen constantes y bien definidos.

Un aspecto muy importante que nos ayuda a definir donde se puede aplicar el material es el tamaño de sus partículas, con ayuda de los picos de difracción y la ecuación de Scherrer pudimos calcular el tamaño del cristalito que es un parámetro importante para diversas aplicaciones en ingeniería de materiales. La ecuación de Scherrer se expresa como:

$$\tau = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$$

Donde

τ es el tamaño del cristalito.

k es un factor de forma cuyo valor se toma como 0.9.

λ es la longitud de onda de la fuente, que para este caso es de 0.154 nm para la fuente de cobre $k\alpha 1$.

β es el ancho medio medido a la mitad de la altura máxima del pico de difracción.

Los tamaños de cristalito calculados, para las tres muestras tratadas a 400, 500 y 600 °C fueron 10.93, 11.49 y 15,11 nm respectivamente, resultados similares a los reportados por otros autores, [65–67]. Además, podemos observar que, al aumentar la temperatura de recocido, los nanocristales crecen debido a la coalescencia entre ellos de acuerdo con la teoría de Ostwald Ripening [68].

Otro parámetro importante que se pudo calcular con ayuda de los patrones de difracción de rayos-X fue el coeficiente de textura (TC). Este relaciona las intensidades obtenidas en las mediciones de difracción de rayos-X contra las intensidades de la carta cristalográfica, para estimar el crecimiento cristalino con orientación preferencial. La muestra con un cristalito sin orientación preferencial revela $TC_{hkl} = 1$, y si $TC_{hkl} > 1$ entonces existe orientación preferencial a lo largo del plano cristalino tomado como referencia [66]. El coeficiente de textura (TC) se obtiene a partir de la ecuación siguiente [66,69].

$$T_{(hkl)} = \frac{I_{hkl}/I_{0(hkl)}}{N^{-1}\Sigma\left(I_{hkl}/I_{0(hkl)}\right)}$$

Donde

$T_{(hkl)}$ es el coeficiente de textura.

I_{hkl} es la intensidad medida de los planos de difracción hkl de la muestra.

$I_{0(hkl)}$ es la intensidad estándar del PDF.

N el número de picos observados.

En la ilustración 23, se pueden observar los coeficientes de textura calculados, para las muestras tratadas térmicamente a 400°C, 500°C y 600°C. Este gráfico muestra que no existe un crecimiento preferencial en ningún caso, ya que se pueden observar coeficientes de textura similares en todos los planos de difracción y muy cercanos a 1.

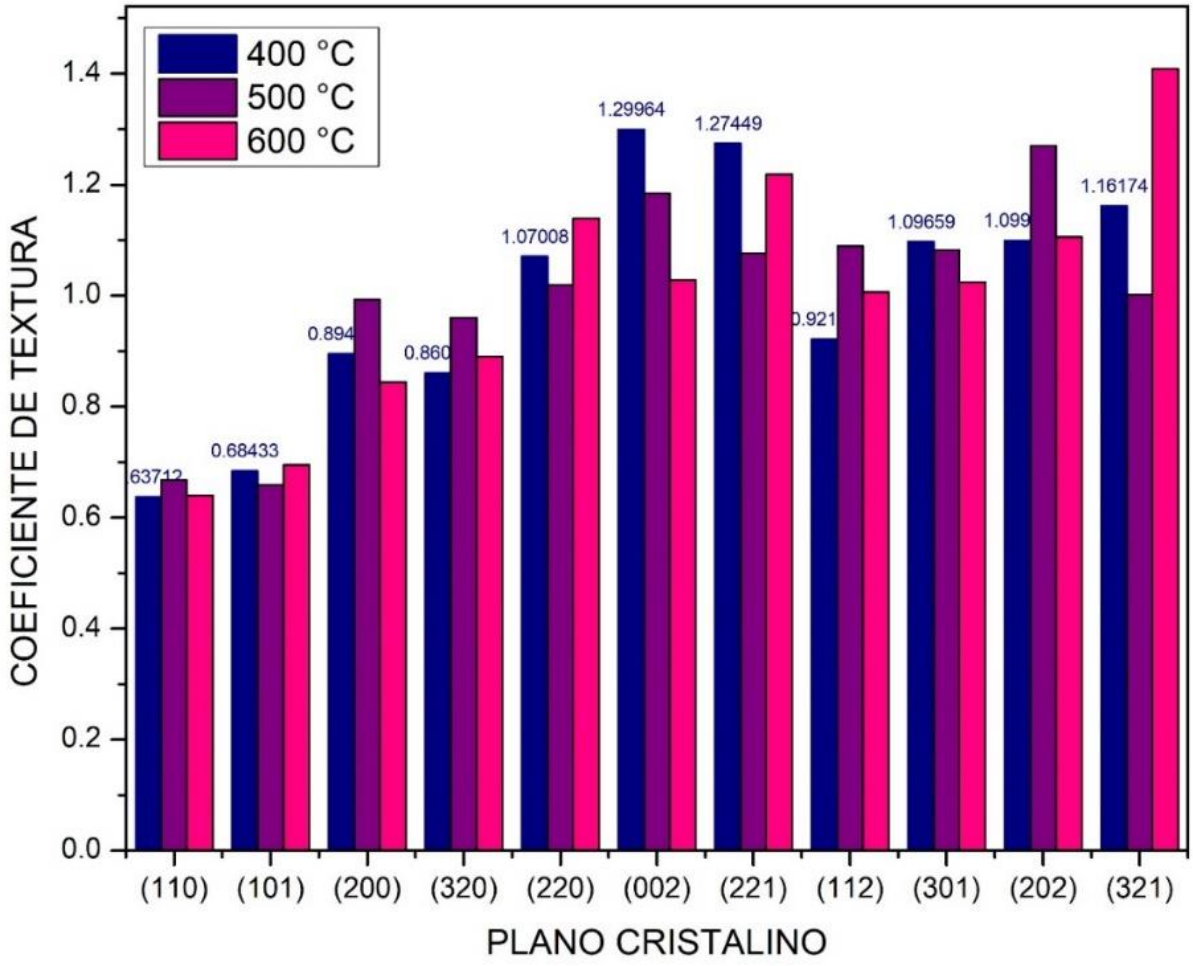

Ilustración 23. Coeficiente de textura calculado para las muestras tratadas térmicamente a 400, 500 y 600°C.

En ingeniería y ciencia de materiales es importante conocer el ancho de banda prohibida (Eg) ya que este parámetro nos da un panorama general sobre su aplicación (por ejemplo, celdas solares, censado de gases, fotocatálisis, dispositivos semiconductores, entre otras). Una técnica que nos ayuda a calcular dicho parámetro es la espectroscopia UV-Vis.

4.2. Espectroscopía UV-Vis.

La espectroscopía Ultravioleta Visible (UV-Vis), es una técnica de caracterización no destructiva, en la cuales podemos estudiar propiedades ópticas de los materiales como la absorbancia, transmitancia y reflectancia [40]. En la ilustración 24 se muestran los espectros de absorbancia UV-Vis para las muestras recocidas desde 400 °C hasta 600 °C ya que son las muestras que presentan alto grado de cristalinidad. De estos espectros se puede observar claramente que todas las muestras presentan un borde de absorción en 300 nm, dicho borde de acuerdo con la literatura corresponde a la absorción de nanopartículas de SnO_2 [66].

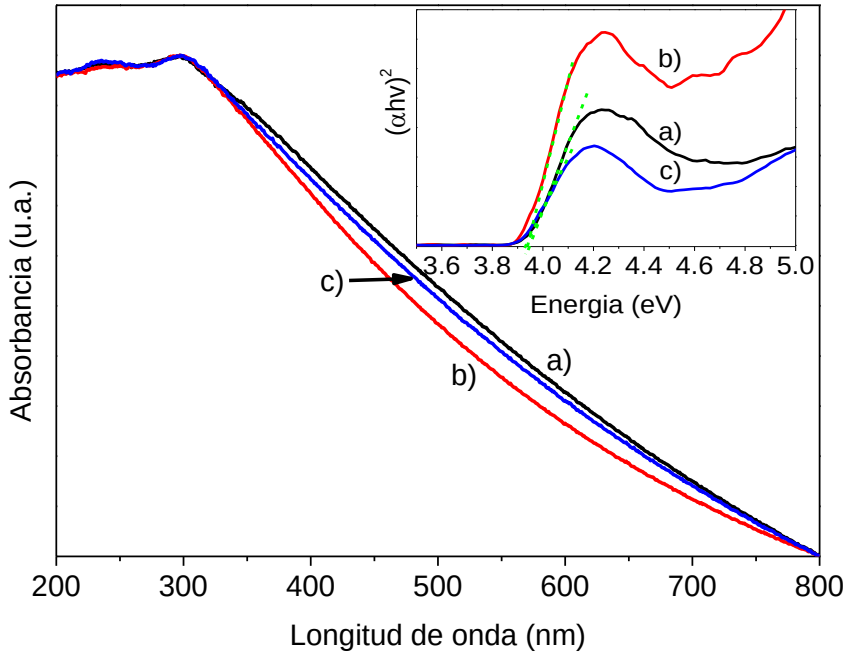

Ilustración 24. Espectro de absorbancia óptica de los polvos de SnO_2 recocidas a a) 400°C, b) 500°C y c) 600°C por 30 minutos.

Utilizando estos espectros de absorción y el método propuesto por Tauc podemos estimar el Eg. La relación matemática que describe la dependencia del Eg con el coeficiente de absorción es la siguiente:

$$\alpha hv = A(hv - Eg)^n$$

donde α es el coeficiente de absorción, h es la constante de Plank (J.s), A es la constante de absorción, v es la frecuencia de la luz (s^{-1}), y Eg es el ancho de banda prohibida (eV). El exponente n esta relacionado a las transiciones electrónicas y su valor es 2 para transiciones indirectas permitidas, 3 para prohibidas indirectas, 1/2 para directas permitidas y 3/2 para transiciones directas prohibidas. En el caso del SnO_2 al ser un semiconductor de banda directa utilizamos el valor de n=1/2 y el Eg fue estimado al graficar $(\alpha hv)^2 \; vs \; hv$ y extrapolando la curva cuando intersecta el

eje de la energía en $\alpha = 0$. El gráfico obtenido de $(\alpha hv)^2 \; vs \; hv$ se muestra en el inset de la figura 3. Los valores de Eg obtenidos fueron de igual magnitud en todas muestras siendo este de 3.9 eV el cual corresponde con los reportados en la literatura [70,71].

Otra técnica que nos permite analizar las propiedades optica que surgen a través del ancho de banda es la fotoluminiscencia, la cual nos permitirá conocer los defectos presentes del material.

4.3. Fotoluminiscencia.

En la ilustración 25 se observan los espectros de fotoluminiscencia para las nanopartículas tratadas térmicamente de 100 °C a 600 °C, en una longitud de emisión 300 a 500 nm. En cada caso se puede observar que existe respuesta fotoluminiscente en las longitudes de onda de 362 y 437 nm.

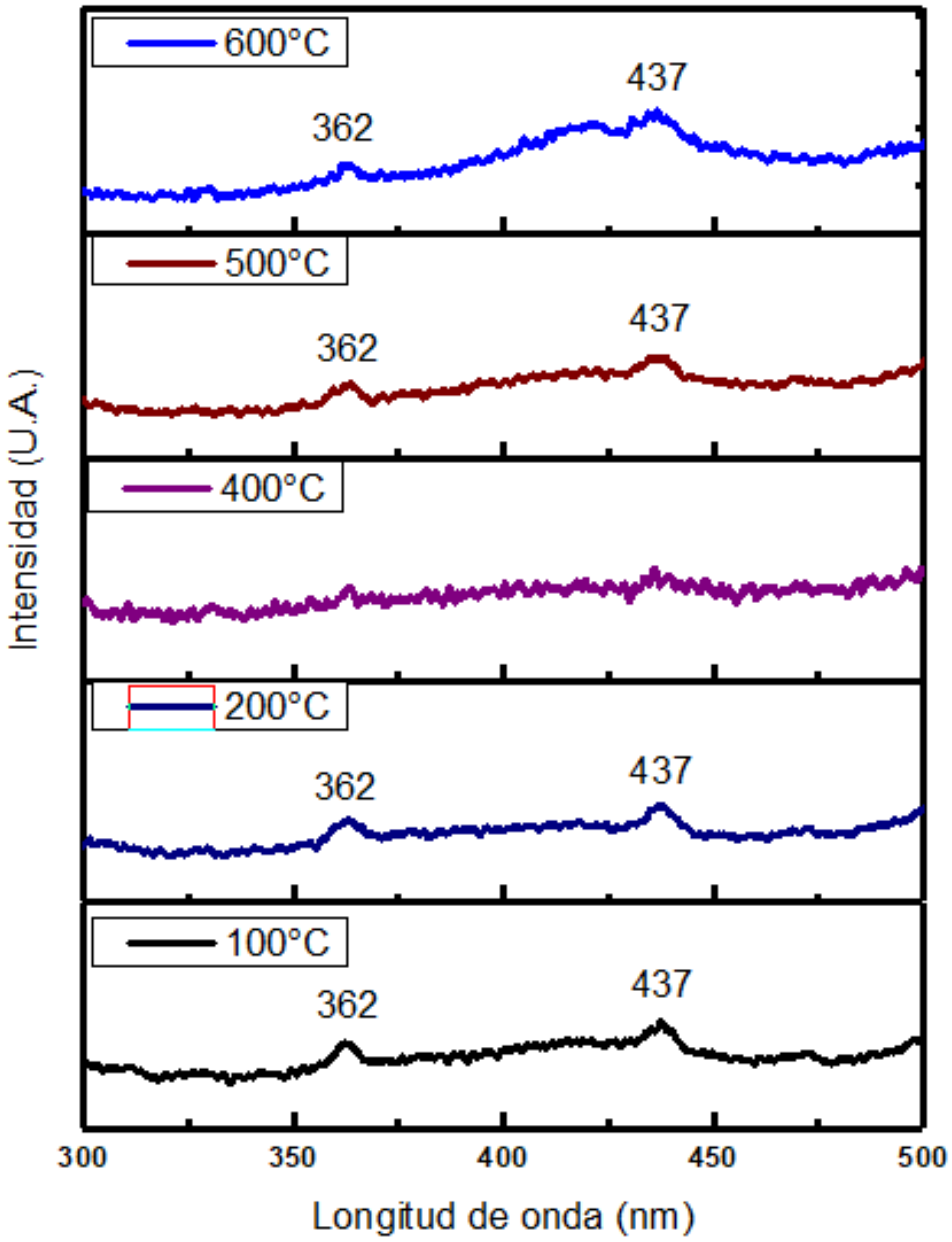

Ilustración 25. Espectros de fotoluminiscencia para las muestras de SnO2 tratadas térmicamente.

La emisión en 362 nm corresponde a transiciones hacia defectos aceptores cercanos al borde de absorción como lo mencionan algunos autores ya que este no coincide con el ancho de banda prohibida para el material en estudio. La emisión a 437 nm es producida por vacancias de oxígeno, las cuales crean centros radiativos.

Las vacancias de oxígeno son los defectos más dominantes en óxidos metálicos y a su vez, los responsables de estos procesos de emisión fotoluminiscente [72,73].

Para que exista actividad fotoluminiscente, esta comienza con la generación de un par electrón-hueco. Un electrón de la banda de valencia es excitado y promovido a la banda de conducción, dejando un hueco en la banda de valencia y un electrón excitado en la banda de conducción, el cual puede ser capturado por la vacancia de oxígeno, creando un centro radiativo V_O^{++}, el cual puede recombinarse con un electrón en un nivel profundo, provocando una emisión en la banda del azul [71,74].

En la ilustración 26, se muestra el espectro de fotoluminiscencia para la muestra calcinada a 600°C, en el rango de 340 a 480 nm. Este espectro se deconvolucionó utilizando una curva gaussiana dando como resultado cuatro picos de emisión principales. Un pico en 362 nm el cual ya fue descrito antes. Además de emisiones en 413, 419 y 436 nm los cuales son debidos a vacancias de oxígeno superficial [71,74].

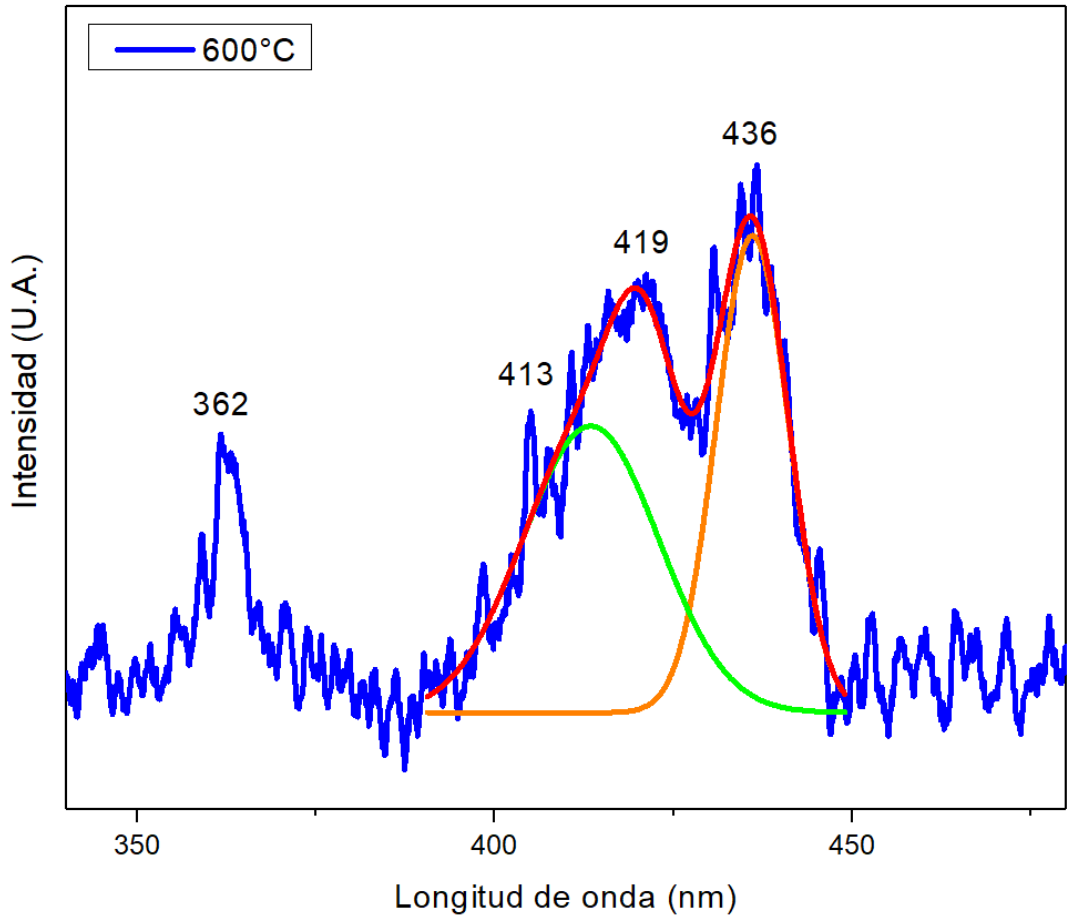

Ilustración 26. Espectro deconvolucionado.

Capítulo

5 Conclusiones.

En este trabajo sintetizamos nanopartículas de SnO_2 utilizando una ruta simple (método sol-gel) y a temperatura ambiente. De los patrones de DRX se puede observar que las muestras calcinadas de 100 a 200 °C muestran una naturaleza amorfa es decir no existe la formación de nanocristales o la concentración de ellos es muy baja y no pudo ser medida por el equipo en el modo de medición utilizado. Por otro lado, las muestras calcinadas a partir de 400 °C sufren un cambio en su arreglo atómico, pasando de un estado amorfo a una estructura policristalina. Se observó un incremento en el tamaño del cristalito conforme se incrementa la temperatura de recocido de las muestras. El coeficiente de textura fue calculado y se observó que no existe un crecimiento preferencial en ningún caso, ya que se pueden ver coeficientes de textura similares en todos los planos de difracción y muy cercanos a 1. Por espectroscopía de UV- Vis se puede observar claramente que todas las muestras presentan un borde de absorción en 300 nm, dicho borde de acuerdo con la literatura corresponde a la absorción de nanopartículas de SnO_2. El Eg fue calculado con ayuda de los espectros de absorbancia y la relación de Tauc, dichos valores fueron de igual magnitud en todas las muestras siendo este de 3.9 eV, resultados que estan de acuerdo a los reportados. Mediante mediciones de fotoluminiscencia se observaron dos emisiones principales una en 362 nm y otra en

437 nm que corresponden a transiciones hacia defectos aceptores cercanos al borde de absorción y vacancias de oxígeno, respectivamente.

Trabajo a futuro

De acuerdo con los resultados obtenidos en este trabajo y haciendo una correlación entre ellos podemos decir que el material sintetizado tiene las características necesarias para poder ser aplicado en fotocatálisis esto debido a que:

Se ha demostrado que la eficiencia fotocatalítica depende del tamaño del nanocristal o de la nanopartícula. Un tamaño pequeño como el encontrado en este trabajo permite tener un área de contacto superficial mayor y un gran número de sitios activos, permitiendo así mejorar la actividad fotocatalítica. Además, con un tamaño pequeño de cristal incrementamos los defectos superficiales, los cuales actúan como trampas de portadores de carga y sitios de adsorción, llevando a una rápida trasferencia de carga evitando la recombinación de los pares electrón-hueco fotogenerados.

Un amplio ancho de banda prohibida permite una mayor capacidad redox del fotocatalizador. Esto debido a la formación de defectos poco profundos dentro de la banda prohibida y justo debajo de la banda de conducción como las vacancias de oxígeno, siendo estas las responsables de una mayor absorción de la luz visible al reducir el ancho de banda prohibida.

De acuerdo con los resultados obtenidos de fotoluminiscencia encontramos defectos tales como vacancias de oxígeno que de acuerdo con la literatura son vitales para mejorar la eficiencia fotocatalitica. Por un lado, forman niveles de energía dentro de la banda prohibida mejorando la absorción de la luz solar en el rango visible, extendiendo el rango de la fotorespuesta, y, por otro lado, son centros de atrapamiento de electrones o de huecos que inhiben su recombinación.

Bibliografía

[1] Fuentes, R., López, H. (2020). Manual Ciencia de los materiales. Universidad Rural de Guatemala.

[2] Shackelford, James F. (2005). Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros. Pearson education, S.A.

[3] Echeverri-Toro, Juan F. (2022), Estudio de la incorporación de borohidruro de sodio para mejorar la estabilidad de perovskitas híbridas a base de estaño y plomo para su aplicación en celdas solares de tercera generación[Tesis de Licenciatura]. Universidad de antioquia.

[4] Das, S., Jayaraman, V. 2014 SnO2: A comprehensive review on structures and gas sensors Progress in materials science 66 112–255.

[5] Garcia-Mandayo G (Gemma) 2011 Nuevas estrategias de catalizado y filtrado para la mejora de prestaciones en sensores de monóxido de carbono basados en nanopartículas de óxido de estaño.

[6] Liu Y, Jiao Y, Zhang Z, Qu F, Umar A and Wu X 2014 Hierarchical SnO_2 nanostructures made of intermingled ultrathin nanosheets for environmental remediation, smart gas sensor, and supercapacitor applications ACS Appl Mater Interfaces 6 2174–84.

[7] Papargyri S, Tsipas D N, Papargyris D A, Botis A I and Papargyris A D 2005 Review on the Production and Synthesis of Nanosized SnO2 Solid State Phenomena 106 57–62.

[8] Lixiong Yin, Simin Chai, Feifei Wang, Jianfeng Huang, Jiayin Li, Changqing Liu, Xingang Kong, Ultrafine SnO2 nanoparticles as a high performance anode material for lithium ion battery, Ceramics International, Volume 42, Issue 8, 2016, Pages 9433-9437, ISSN 0272-8842, https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.02.173.

[9] Chen J S, Archer L A and Lou X W (David) 2011 SnO2 hollow structures and TiO2 nanosheets for lithium-ion batteries J. Mater. Chem. 21 9912–24.

[10] Mosquera E, Rosas N, Debut A and Guerrero V H 2015 Síntesis y caracterización de nanopartículas de dióxido de titanio obtenidas por el método de sol-gel Revista Politécnica 36 7–7.

[11] Ezema F. Fig.1. Schematic representation of the Sol-gel process [10] ResearchGate.

[12] Gil P and Herrera K 2003 Monitoreo y cuantificación de coliformes totales, coliformes fecales y Escheriachi coli, en siete microcuencas del lago de Amatitlan Revista Científica de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia 16 2.

[13] Larramendi Benítez, E., Millán Verdecia, G., & Plana Castell, M. (2021). Escasez y contaminación del agua, realidades del siglo XXI. Revista 16 de abril, 60(279), e854. Recuperado de https://rev16deabril.sld.cu/index.php/16_04/article/view/854/554.

[14] Secretaria del medio ambiente. Glosario de términos ambientales. (p.1.).

[15] Representación Agricultural Nayarit (2018). Actividad pecuaria y sus derivados. (p.1).

[16] Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural. (2019). Acuacultura, producción y conservación de organismos acuáticos. (p.1).

[17] Centro de estudios para el desarrollo rural sustentable y la soberania alimentaria. (2019). La actividad forestal en México, estrategias y acciones contra la deforestación. (p.1).

[18] Fernanda Avendaño. (2021). El valor del trabajo doméstico: Mujeres le dedican el triple de tiempo que los hombres El valor del trabajo doméstico: Mujeres le dedican el triple de tiempo que los hombres. CDMX: Centro de investigación en política pública.

[19] DB (2020) Sector industrial: perspectiva económica, claves, proyecciones y tendencias 2021. Vallejo Properties.

[20] Benkhaya S, M' rabet S and El Harfi A 2020 A review on classifications, recent synthesis and applications of textile dyes Inorganic Chemistry Communications 115 107891.
[21] Nouailhat, A. (2008). An introduction to nanoscience and nanotechnology. ISTE Ltd y John Wiley & Sons, Inc.
[22] Montenegro Hernandez, Alejandra; Castro, Miriam Susana; Rodriguez Paez, Jorge Enrique; Efecto del lavado con etilendiamina sobre las propiedades de las nanopartículas de óxido de estaño; Sociedad Española de Cerámica y Vidrio; Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio; 46; 4; 4-2007; 177-183.
[23] Mendoza Uribe G and Rodríguez-López J L 2007 La nanociencia y la nanotecnología: una revolución en curso Perfiles latinoamericanos 14 161–86.
[24] Osuntokun J, Onwudiwe D C and Ebenso E E 2017 Biosynthesis and Photocatalytic Properties of SnO2 Nanoparticles Prepared Using Aqueous Extract of Cauliflower J Clust Sci 28 1883–96.
[25] Haritha E, Roopan S M, Madhavi G, Elango G, Al-Dhabi N A and Arasu M V 2016 Green chemical approach towards the synthesis of SnO2 NPs in argument with photocatalytic degradation of diazo dye and its kinetic studies J Photochem Photobiol B 162 441–7.
[26] Gorai S 2018 Bio-based Synthesis and Applications of SnO2 Nanoparticles - An Overview 10.
[27] Dowling, A. & Clift, Roland & Grobert, Nicole & Hutton, D. & Oliver, Raymond & O'Neill, Onora & Seaton, A.. (2004). Nanotechnologies: nanoscience and opportunities and uncertainties. London: R. Soc. R. Acad. Eng. Rep.. 61.
[28] Montes de Oca J, Chuquisengo L and Alarcón H 2010 Síntesis y caracterización de nanopartículas de ferrita de cobalto obtenidas por el proceso sol-gel Revista de la Sociedad Química del Perú 76 400–6.
[29] Chaparro F C and Reyes R Q 2008 Nanociencia, nanotecnología, nanomateriales... La Revolución Industrial del Siglo XXI Letras ConCiencia TecnoLógica 62–74.
[30] Gómez-Garzón M 2018 Nanomateriales, Nanopartículas y Síntesis verde Repert. Med. Cir. 27.
[31] Jaimes C, Santiago E, Sagredo V and Márquez G 2019 Síntesis y caracterización de nanopartículas de ferrita de cobalto Ciencia e Ingeniería 40 165–9.
[32] Leonides Estrada F G 2020 Síntesis asistida con microondas de óxido de estaño decorado con níquel para la degradación de azul de metileno.
[33] Yoon Y, Truong P L, Lee D and Ko S H 2022 Metal-Oxide Nanomaterials Synthesis and Applications in Flexible and Wearable Sensors ACS Nanosci. Au 2 64–92.
[34] Jerez Delgado D and Jerez Delgado D 2012 Crecimiento y caracterización de micro y nanoestructuras de óxidos de hierro y estaño (Growth and characterization of iron and tin oxides micro and nanostructures).
[35] Torres-Gómez N, Ávila-Avilés R D and Vilchis-Nestor A R 2020 Biosíntesis y caracterización de nanoestructuras por microscopía electrónica Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencias y Nanotecnología 13 29–43.
[36] Universidad D'Alacant Nanopartículas: galería de imágenes. Grupo de Electroquímica de superficies.
[37] Mosquera Lozano A A, Arana Varela J and Rodríguez Páez J E 2007 Síntesis de nanopartículas de SnO2 y su uso en la conformación de varistores Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia 33–41.
[38] Moina C.A., Ybarra G.O., Della Vecchia M.A., Fraigi L.B., Weinstock A.F. 2007 Síntesis de nanopartículas compuestas óxido/metal catalítico Congreso SAM/CONAMET 2007 Instituto Nacional de Tecnología e informática 1426-1430.

[39] Acevedo Carrera A 2018 Efecto de la temperatura en las propiedades estructurales: Ópticas y magnéticas de nanopartículas de SnO2 (Universidad de Sonora).
[40] Alarcón Hernández, César J. (2022). Análisis de la síntesis química y verde de nanopartículas de óxidos metálicos: ventajas y desventajas. [Tesis de especialidad]. Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica.
[41] Yakuphanoglu F 2009 Electrical conductivity, Seebeck coefficient and optical properties of SnO2 film deposited on ITO by dip coating Journal of Alloys and Compounds 470 55–9.
[42] Lara Canche A R 2018 Fabricación de un material híbrido en base a nanopartículas de sulfuro de plomo y oxido de grafeno reducido para aplicaciones optoelectrónicas. masters (Universidad Autónoma de Nuevo León).
[43] Miranda López M I 2018 Efecto de la incorporación de nanopartículas de óxido cobalto sobre la microestructura y propiedades no-óhmicas de un sistema cerámico a base de SnO_2. masters (Universidad Autónoma de Nuevo León).
[44] Ameta, R., & Ameta, S.C. (2016). Photocatalysis: Principles and Applications (1st ed.). CRC Press. https://doi.org/10.1201/9781315372396.
[45] Prado Hurtado, F. (2019). Micro y nanoestructuras de óxidos de estaño y sus nanocompuestos con óxido de grafeno. [Tesis de Doctorado]. Universidad complutense de Madrid.
[46] Ramírez Lucero, G. (2007). Obtención de un cerámico varistor de SnO2-CO3O4-Sb2O5. [Tesis de licenciatura]. Universidad Tecnológica de la Mixteca.
[47] Garcia Madayo, G. (2011). Nuevas estrategias de catalizado y filtrado para la mejora de prestaciones en sensores de monóxido de carbono basados en nanopartículas de óxido de estaño. [Tesis de Doctorado]. Universidad de Navarra.
[48] Zoli M, Roldán D, Guzmán H, Castellino M, Chiodoni A, Bejtka K, Russo N and Hernández S 2023 Facile and scalable synthesis of Cu2O-SnO2 catalyst for the photoelectrochemical CO2 conversion Catalysis Today 413–415 113985.
[49] Ríos Álvarez D L 2019 Análisis microestructural y morfológico de nanopartículas de SnO2 dopadas con La, Ce, Pr y Nd.
[50] Pérez-Cuapio, R. (2011). síntesis y caracterización de películas de ZnO por el método SOL-GEL.[Tesis de maestría, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla]. Repositorio institucional.
[51] Vega Chacón J R 2020 Influencia de los parámetros experimentales de síntesis en la formación de nanopartículas de magnetita preparadas por método poliol Repositorio Institucional – UNI.
[52] Roldán M V, Frattini A L, Sanctis O A and Pellegrini N S 2006 Nanopartículas metálicas con formas diversas anales AFA 17.
[53] Zaruma P, Proal J, Hernández I C and Salas H I 2018 Los Colorantes Textiles Industriales Y Tratamientos Óptimos De Sus Efluentes De Agua Residual: Una Breve Revisión Revista de la Facultad de Ciencias Químicas 38–47.
[54] Bes Monge, S., M.T. Silva, A. Bengoa, C. Manual técnico sobre procesos de oxidación avanzada aplicados al tratamiento de aguas residuales industriales. Tritón-316RT0506. CYTED.
[55] Diaz Torres, Luis A. (2019). Estudio de fotocatalizadores nanoestructurados [sral2o4:lnx y tio2] para la posible eliminación de cr6+ en efluentes de tenería. [Tesis de maestría]. Centro de investigaciones en óptica, A.C.
[56] Chiva Vicent S, Berlanga Clavijo J G, Martínez Cuenca R and Climent Agustina J 2017 Procesos de oxidación avanzada en el ciclo integral del agua (Universitat Jaume I).
[57] Garcés Giraldo, Luis F., Mejía Franco, Edwin A., Santamaría Arango, Jorge J. La fotocatálisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales. Revista

Lasallista de Investigación, vol. 1, núm. 1, junio, 2004, pp. 83-92. Corporación Universitaria Lasallista Antioquia, Colombia.
[58] Rosales Vera, Maibelin C.(2020). Síntesis controlada de semiconductores metal-óxido nanoestructurados y su efecto en el tratamiento de aguascontaminadas por fotocatálisis heterogénea.[Tesis doctorado]. Universidad de Chile.
[59] García Fabila, M. (2016). Apuntes para Espectrometría de Radiación Ultravioleta Visible (UV/VIS). Universidad Autónoma del estado de México.
[60] Olivares Perez, A., Fuentes Tapia, I., Panohaya García, F. (2004). Conceptos y bibliografía sobre la fotoluminiscencia y procesos similares. [Reporte técnico]. Instituto Nacional de Astrofisica Óptica y Electrónica.
[61] Lara D I C Química Analítica, 6ta Edicion - Gary D. Christian.
[62] Smith K K 1981 Photoluminescence of semiconductor materials Thin Solid Films 84 171–82.
[63] Aparicio Ceja M E, Carbajal Arizaga G G, Aparicio Ceja M E and Carbajal Arizaga G G 2010 Utilidad de la difracción de rayos x en las nanociencias Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología 3 62–72.
[64] Akhlaghi M, Steiner T, Meka S R and Mittemeijer E J 2016 Misfit-induced changes of lattice parameters in two-phase systems: coherent/incoherent precipitates in a matrix J Appl Cryst 49 69–77.
[65] Gubicza J, Nauyoks S, Balogh L, Labar J, Zerda T W and Ungár T 2007 Influence of sintering temperature and pressure on crystallite size and lattice defect structure in nanocrystalline SiC Journal of Materials Research 22 1314–21.
[66] Sagadevan S and Podder J 2015 Optical and Electrical Properties of Nanocrystalline SnO2 Thin Films Synthesized by Chemical Bath Deposition Method Soft Nanoscience Letters 5 55–64.
[67] Babu M H, Dev B C and Podder J 2022 Texture coefficient and band gap tailoring of Fe-doped SnO2 nanoparticles via thermal spray pyrolysis Rare Met. 41 1332–41.
[68] Benouis C E, Benhaliliba M, Mouffak Z, Avila-Garcia A, Tiburcio-Silver A, Ortega Lopez M, Romano Trujillo R and Ocak Y S 2014 The low resistive and transparent Al-doped SnO2 films: p-type conductivity, nanostructures and photoluminescence Journal of Alloys and Compounds 603 213–23.
[69] Baldan A 2002 Review Progress in Ostwald ripening theories and their applications to nickel-base superalloys Part I: Ostwald ripening theories Journal of Materials Science 37 2171–202.
[70] Aousgi F, Dimassi W, Bessais B and Kanzari M 2015 Effect of substrate temperature on the structural, morphological, and optical properties of Sb2S3 thin films Applied Surface Science 350 19–24.
[71] Priya M, Geetha A and Ramamurthi K 2016 Structural, morphological and optical properties of tin oxide nanoparticles synthesized by sol–gel method adding hydrochloric acid Journal of Sol-Gel Science and Technology 78.
[72] Naje A 2003 Preparation and Characterization of SnO 2 Nanoparticles International Journal of Innovative Research in Science,Engineering and Technology 2.
[73] Horti N C, Kamatagi M D, Patil N R, Wari M N and Inamdar S R 2018 Photoluminescence properties of SnO2 nanoparticles: Effect of solvents Optik 169 314–20.
[74] P.S. Shewale a, , Kyu Ung Sim c, , Ye-bin Kim c, , J.H. Kim c, , A.V. Moholkar b, and , M.D. Uplane a,n 2013 Structural and photoluminescence characterization of SnO2: F thin films deposited by advanced spray pyrolysis technique at low substrate temperature.

[75] Gu F, Wang S F, Lü M K, Zhou G J, Xu D and Yuan D R 2004 Photoluminescence Properties of SnO2 Nanoparticles Synthesized by Sol−Gel Method J. Phys. Chem. B 108 8119–23.