



## Autorización de uso de obra

**Instituto Politécnico Nacional**

### Presente

Bajo protesta de decir verdad el que suscribe \_\_\_\_\_

(se anexa copia simple de identificación oficial), manifiesto ser autor (a) y titular de los derechos morales y patrimoniales de la obra titulada \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_, en adelante “La Tesis” y de la cual se adjunta copia, por lo que por medio del presente y con fundamento en el artículo 27 fracción II, inciso b) de la Ley Federal del Derecho de Autor, otorgo a el Instituto Politécnico Nacional, en adelante El IPN, autorización no exclusiva para comunicar y exhibir públicamente total o parcialmente en medios digitales, Plataforma de la Dirección de Bibliotecas del IPN y/o consulta directa en la Coordinación de Biblioteca de la UPIITA “La Tesis” por un periodo de 5 años contado a partir de la fecha de la presente autorización, dicho periodo se renovará automáticamente en caso de no dar aviso expreso a “El IPN” de su terminación.

En virtud de lo anterior, “El IPN” deberá reconocer en todo momento mi calidad de autor de “La Tesis”. Adicionalmente, y en mi calidad de autor y titular de los derechos morales y patrimoniales de “La Tesis”, manifiesto que la misma es original y que la presente autorización no contraviene ninguna otorgada por el suscrito respecto de “La Tesis”, por lo que deslindo de toda responsabilidad a El IPN en caso de que el contenido de “La Tesis” o la autorización concedida afecte o viole derechos autorales, industriales, secretos industriales, convenios o contratos de confidencialidad o en general cualquier derecho de propiedad intelectual de terceros y asumo las consecuencias legales y económicas de cualquier demanda o reclamación que puedan derivarse del caso.

Ciudad de México, a \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de 20\_\_\_\_\_

**Atentamente**



INSTITUTO POLITÉCNICO  
NACIONAL



## UNIDAD PROFESIONAL INTERDISCIPLINARIA EN INGENIERÍA Y TECNOLOGÍAS AVANZADAS

### TRABAJO TERMINAL

---

## Síntesis de nanocompuestos basados en nano hojas de óxido de grafeno (GO) y semiconductores inorgánicos para aplicaciones en fotocatálisis

---

Asesores:

Dra. Yazmín Mariela Hernández

Presenta la alumna:

Rodríguez

Becerril Tapia Liliana

Dr. Oscar Eduardo Cigarroa Mayorga

Dr. Manuel Alejandro Pérez Guzmán

**Ing. Energía**

17 de enero de 2025



INSTITUTO POLITÉCNICO  
NACIONAL



## UNIDAD PROFESIONAL INTERDISCIPLINARIA EN INGENIERÍA Y TECNOLOGÍAS AVANZADAS

### TRABAJO TERMINAL

---

# Síntesis de nanocomuestos basados en nano hojas de óxido de grafeno (GO) y semiconductores inorgánicos para aplicaciones en fotocatálisis

---

#### Jurado Evaluador

Presidente del Jurado: M. en C. Jose Antonio Aquino Robles

---

Secretario del Jurado: Dr. Mauricio Ortega López

---

Vocal 1: Dra. Yazmín Mariela Hernández Rodríguez

---

Vocal 2: Dr. Oscar Eduardo Cigarroa Mayorga

---

Vocal 3: Dr. Manuel Alejandro Pérez Guzmán

---

**Ing. Energía**

17 de enero de 2025

## Agradecimientos

Agradezco al **Dr. Mauricio Ortega López**, quien me prestó el equipo y permitirme trabajar en el laboratorio para realizar mis experimentos de síntesis, además de su guía y apoyo.

**Dra. Yazmín Mariela Hernández Rodríguez** quien me ha dado su apoyo, atención y guía en la elaboración de este escrito, también en la búsqueda de lugares para caracterizar mis muestras.

**Dr. Óscar Eduardo Cigarroa Mayorga**, porque gracias a él obtuve mis cartas cristalográficas para escribir mis resultados y su paciencia para explicarme mis dudas.

**Dr. Manuel Alejandro Pérez Guzmán** quien me asesoró en el escrito y a caracterizar mis muestras, además de facilitarme el escrito para la síntesis.

**Dr. Ashok Adhikari** quien me asesoró en el escrito y a caracterizar mis muestras, además de facilitarme el escrito para la síntesis de

**Álvaro Guzmán**, quienes me ayudó a usar el equipo de laboratorio, caracterizar por FTIR, UV-vis, SEM, RAMAN y me tuvo paciencia en el laboratorio.

**Dra. Violeta Yasmín Mena Cervantes** Le agradezco por haberme permitido trabajar en su laboratorio para este trabajo.

**Uvaldo Hernández B.** Agradezco al técnico del Laboratorio de Difracción de Rayos X de Polvos, Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable, UAEM-UNAM por apoyarme en mis muestras en polvo de DRX.

**Jose Angel Guillén Cervantes (Auxiliar de investigación)** Agradezco su apoyo para la obtención de imágenes SEM.

**Jorge Roque de la Puente (Auxiliar de investigación)** Agradezco su apoyo para la obtención de imágenes SEM.

**Miguel Angel Avendaño Ibarra (Auxiliar de investigación)** Agradezco su apoyo para obtener mis espectros RAMAN.

**Esteban Díaz Torres (Auxiliar de investigación)** Agradezco su apoyo para obtener mis espectros de FTIR.

**Marcela Guerrero Cruz (Auxiliar de investigación)** Agradezco su apoyo para obtener mis espectros de DRX.

**Adolfo Tavira Fuentes (Auxiliar de investigación)** Agradezco su apoyo para obtener mis espectros de DRX.

**Yair Alexander Benavides Mora** por su apoyo en el laboratorio.

**Jesús Garrido Martínez** por su tiempo de quedarse en el laboratorio para apoyarme

en los análisis de absorbancia y tu atención al trabajo tienes mi gratitud.

**Germán Noel Cruz Borja** por toda su paciencia, atención y amistad que fueron un gran apoyo emocional, le estoy muy agradecida.

**Marcial Becerril Tapia** le estoy profundamente agradecida a mi ejemplo a seguir, por su comprensión, al enseñarme gran parte de lo que sé, ya que sin él tal vez no estaría donde estoy.

**LSDTC** agradezco el espacio y equipo que me proporciono para realizar mis pruebas photocatalíticas de contaminantes.

**Instituto de química de la UNAM** por darme la mano en la realización de caracterizaciones por DRX.

**CNMN** por proporcionarme caracterizaciones por XPS, para la identificación de grupos oxigenados en mi catalizador.

**CINVESTAV**, porque sin su apoyo no hubiese podido obtener caracterizaciones de RAMAN, FTIR, DRX, UV-vis, SEM para mis catalizadores.

## Dedicatoria

Querida familia, escuela y estimados maestros,

A través de este escrito me dirijo a todos ustedes para expresar mi más profundo agradecimiento. Ha sido un largo y desafiante camino, pero gracias a su apoyo incondicional y guía constante, finalmente estoy más cerca de convertirme en ingeniera en energía.

Mi familia, ustedes han sido mi motivación en cada paso que camino. Empezando con mis hermanos que fueron mi inspiración y ejemplo a seguir para estudiar ingeniería en el Instituto Politécnico Nacional. Agradezco de corazón que hayan estado ahí cuando las cosas no han salido bien, que me hayan enseñado y aconsejado cuando lo necesitaba.

A mis padres desde el principio, gracias a que ustedes me han exigido ser una mejor persona en todo sentido, supe que era el amor cuando se levantaban a las 5 de la mañana y sus ojos aun con sueño me iban a despedir al camión, o me preguntaban cuando ya había llegado a la escuela, su amor incondicional y apoyo financiero han sido fundamentales para no solo mi éxito sino su éxito como padres.

En mi querida escuela, cada día he sido testigo del compromiso y dedicación de todo el personal. Desde los directores hasta los conserjes, cada uno de ustedes ha dejado una huella imborrable en mi vida. Los maestros que tuve el privilegio de conocer y aprender de ellos, han sido verdaderos mentores y fuentes de inspiración.

Su pasión por enseñar, su dedicación incansable y su disposición a ir más allá de lo esperado han sido fundamentales para mi formación académica y personal. Agradezco sinceramente a la escuela por brindarme un entorno de aprendizaje estimulante y por proveerme de las herramientas necesarias para alcanzar mis metas.

Queridos Maestros en ciencia, Doctores en ciencia y Técnicos, su paciencia, sabiduría y compromiso han dejado una marca profunda en mí. No solo me han enseñado los principios fundamentales de la ingeniería en energía, sino que también me han enseñado a ser una persona responsable, más humana, resiliente y comprometida con el aprendizaje constante. Siempre estaré agradecida por su dedicación y por desafiar me a alcanzar mi máximo potencial. Su apoyo y consejo han sido invaluables y han contribuido en gran medida a mi desarrollo como profesional.

A todos ustedes, mi familia, escuela y maestros, amigos, quiero expresar mi más profundo agradecimiento. Gracias por tener fe en mí, por apoyarme en cada paso del camino y por

ayudarme a convertirme en la ingeniera en energía que hoy soy. No podría haber llegado hasta aquí sin su amor, aliento y guía constante.

Prometo honrar su confianza y esforzarme al máximo para poner en alto mi carrera y mi universidad. Mi objetivo es aplicar mis conocimientos para desarrollar soluciones sostenibles y contribuir a un futuro mejor para todos. Su apoyo ha sido el combustible que ha impulsado mi pasión por la ingeniería y la ciencia, y estoy emocionada de comenzar esta nueva etapa de mi vida con ustedes a mi lado.

Nuevamente, reitero mi agradecimiento por haber llegado a mi vida, aunque sea un pequeño momento en sus vidas, gracias a todos y cada uno de ustedes por su amor, apoyo y enseñanzas. Mi logro es el reflejo de su tiempo, dedicación y compromiso, y siempre estaré agradecida por tenerlos en mi vida.

## Resumen

En el contexto de la presente investigación sobre el uso de nanomateriales (GO decorado con SnO<sub>2</sub> y ZnO) como fotocatalizadores para la degradación de colorantes orgánicos como el azul de metileno y la rodamina 6G, considerados efluentes provenientes de la industria textil que contaminan el agua, por lo tanto se considera un problema para los seres vivos. A partir de tecnologías de oxidación avanzada como la fotocatálisis, que utiliza la luz ultravioleta y visible para generar una reacción química entre el catalizador y el colorante para degradarlo.

Los nanomateriales compuestos fueron sintetizados por el método hidrotermal, para el caso del GO por el método de Hummer, y caracterizados por DRX, RAMAN, UV-vis, FTIR, SEM y XPS, mostrando las propiedades mejoradas en comparación con los materiales puros. La presencia de GO promovió la disponibilidad de sitios activos y evitó la aglomeración de los nanomateriales semiconductores.

Los experimentos de degradación demostraron que los nanomateriales decorados con GO tuvieron una mayor pendiente de eficiencia en la degradación de los colorantes, debido a un área superficial mayor, mejor absorción y generación de especies reactivas de oxígeno. Estos resultados resaltan el potencial de los nanomateriales compuestos como catalizadores para la eliminación de contaminantes orgánicos en sistemas ambientales.

**Palabras clave:** SnO<sub>2</sub>, ZnO, GO, azul de metileno, la rodamina 6G, nanomateriales decorados, absorción, catalizadores.

## Abstract

In the context of the present research on the use of nanomaterials (GO decorated with SnO<sub>2</sub> and ZnO) as photocatalysts for the degradation of organic dyes such as methylene blue and rhodamine 6G, considered effluents from the textile industry that pollute water, therefore it is considered a problem for living beings. From advanced oxidation technologies such as photocatalysis, which uses ultraviolet and visible light to generate a chemical reaction between the catalyst and the dye to degrade it.

The composite nanomaterials were synthesized by the hydrothermal method, in the case of GO by the Hummer method, and characterized by DRX, RAMAN, UV-vis, FTIR, SEM and XPS, showing improved properties compared to pure materials. The presence of GO promoted the availability of active sites and prevented agglomeration of the semiconductor nanomaterials.

Degradation experiments demonstrated that GO-decorated nanomaterials had a higher gradient of efficiency in dye degradation, due to a larger surface area, better absorption, and generation of reactive oxygen species. These results highlight the potential of composite nanomaterials as catalysts for the removal of organic contaminants in environmental systems.

**Keywords:** SnO<sub>2</sub>, ZnO, GO, methylene blue, rhodamine 6G, decorated nanomaterials, absorption, catalysts.

# Índice

<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
<b>2. Antecedentes</b>	<b>3</b>
<b>3. Objetivo</b>	<b>7</b>
3.1. Objetivo General. . . . .	7
3.2. Objetivos Específicos. . . . .	7
3.3. Hipótesis . . . . .	7
<b>4. Marco Teórico</b>	<b>9</b>
4.1. Características típicas de aguas residuales textiles . . . . .	10
4.2. Colorantes . . . . .	11
4.2.1. Xantenos . . . . .	11
4.2.2. Rodaminas . . . . .	12
4.2.3. Rodamina 6G . . . . .	13
4.2.4. Triarimetano . . . . .	14
4.2.5. Azul de Metileno . . . . .	14
4.3. Métodos para degradar colorantes . . . . .	15
4.4. Tipos de procesos de oxidación avanzada . . . . .	17
4.5. Fotocatálisis heterogénea . . . . .	18
4.5.1. Métodos de fotocatalisis . . . . .	19
4.6. Nanotecnología . . . . .	20
4.7. Nanociencia . . . . .	20
4.8. Nanomateriales . . . . .	20
4.8.1. Nanomateriales a base de carbono (CNT) . . . . .	22
4.8.2. Nanomateriales semiconductoras . . . . .	22
4.9. Materiales fotocatalizadores convencionales . . . . .	23
4.9.1. Óxido de grafeno . . . . .	23
4.9.2. Dióxido de Estaño . . . . .	24
4.9.3. Óxido de Zinc . . . . .	25
4.10. Síntesis de nanomateriales . . . . .	26
4.10.1. Top-Down . . . . .	26
4.10.2. Bottom-up . . . . .	26
4.10.3. Método Hidrotermal . . . . .	28

4.10.4. Método de Hummer . . . . .	28
4.11. Técnicas de caracterización . . . . .	29
4.11.1. Difracción de Rayos X (XRD) . . . . .	29
4.11.2. Espectroscopía ultravioleta-visible (UV-VIS) . . . . .	31
4.11.3. Espectroscopía infrarroja por transformada de fourier (FTIR) . . . . .	34
4.11.4. Espectroscopía Raman . . . . .	36
4.11.5. Espectroscopía XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) . . . . .	36
4.11.6. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) . . . . .	37
<b>5. Desarrollo Experimental</b>	<b>39</b>
5.1. Síntesis de GO por el método de Hummer . . . . .	40
5.2. Síntesis de SnO <sub>2</sub> . . . . .	42
5.2.1. Preparación de los sistemas de SnO <sub>2</sub> @GO . . . . .	46
5.3. Síntesis de ZnO . . . . .	48
5.3.1. Preparación de los sistemas de ZnO@GO . . . . .	50
<b>6. Discusión y análisis de resultados</b>	<b>53</b>
6.1. Discusión y análisis de resultados del GO . . . . .	53
6.1.1. DRX . . . . .	53
6.1.2. UV-vis . . . . .	54
6.1.3. FTIR . . . . .	55
6.1.4. RAMAN . . . . .	57
6.1.5. SEM . . . . .	58
6.2. Discusión y análisis de resultados del SnO <sub>2</sub> . . . . .	60
6.2.1. DRX . . . . .	60
6.2.2. UV-vis . . . . .	65
6.2.3. FTIR . . . . .	66
6.2.4. RAMAN . . . . .	68
6.2.5. SEM . . . . .	70
6.3. Discusión y análisis de resultados del SnO <sub>2</sub> @GO . . . . .	71
6.3.1. DRX . . . . .	71
6.3.2. UV-vis . . . . .	72
6.3.3. FTIR . . . . .	73
6.3.4. RAMAN . . . . .	74
6.3.5. XPS . . . . .	76
6.3.6. SEM . . . . .	78

6.4. Discusión y análisis de resultados del ZnO . . . . .	80
6.4.1. DRX . . . . .	80
6.4.2. UV-vis . . . . .	84
6.4.3. RAMAN . . . . .	85
6.5. Discusión y análisis de resultados del ZnO@GO . . . . .	86
6.5.1. DRX . . . . .	87
6.5.2. UV-vis . . . . .	88
6.5.3. RAMAN . . . . .	89
<b>7. Pruebas Fotocatálíticas . . . . .</b>	<b>92</b>
7.1. Pruebas Fotocatálíticas para el SnO <sub>2</sub> @GO . . . . .	93
7.1.1. R6G para SnO <sub>2</sub> @GO . . . . .	94
7.1.2. AM para SnO <sub>2</sub> @GO . . . . .	100
7.2. Pruebas Fotocatálíticas para el ZnO@GO . . . . .	105
7.2.1. R6G para ZnO@GO . . . . .	107
7.2.2. AM para ZnO@GO . . . . .	112
<b>Referencias . . . . .</b>	<b>119</b>
<b>Apéndices . . . . .</b>	<b>127</b>
<b>A. Anexos A . . . . .</b>	<b>127</b>
<b>B. Anexos B . . . . .</b>	<b>130</b>

## Índice de figuras

1. Los 9 límites planetarios [1]. . . . .	10
2. Molécula característica de la eosina [2]. . . . .	12
3. Molécula característica de las rodaminas . La figura se obtuvo de biomodel.uah.es y de [3]. . . . .	12
4. Estructura molecular de la R6G de metileno, colorante de la familia de los xantenos, formado por dos cromóforos, un grupo dibenzopireno y un grupo carboxifenilo [3]. . . . .	13
5. Molécula de triarimetano [3]. . . . .	14

6.	Estructura molecular del azul de metileno, colorante perteneciente a la familia de los trifenilmetano, formada por un compuesto aromático, dos aminas y cuatro metileno [3]. . . . .	15
7.	Metodos de degradación. . . . .	16
8.	Diagrama de tipos de Oxidación Avanzada. . . . .	17
9.	Imagen que describe el proceso de la fotocatálisis al convertir la energía solar en energía química. . . . .	18
10.	Pruebas en oscuro y con lampara UV de la R6G[4, 5]. . . . .	20
11.	Clasificación de nanomateriales, imagen obtenida de [6]. . . . .	21
12.	Banda ancha de los nanomateriales. . . . .	23
13.	a) Estructuras de grafeno, GO y TrGO; b) obtención de TrGO a partir de grafeno [7]. . . . .	24
14.	Estructura cristalino de rutilo en el SnO <sub>2</sub> . . . . .	25
15.	Estructura cristalino de rutilo en el ZnO. . . . .	26
16.	Métodos de síntesis[8]. . . . .	27
17.	Proceso de la síntesis hidrotermal. . . . .	28
18.	Difractómetro de rayos X Bruker D8 Advance LinxEye. Fuente de rayos X: Tubo de descarga con ánodo de cobre (K1 = 0.1540 Å). Detector: unidimensional (LinxEye fast speed) con área activa de 14 mm x 16 mm y eficiencia 0.98. . . . .	31
19.	UV-Vis, Proceso del espectroscopio UV-vis de la marca JASCO modelo V-670 que se encuentra en las instalaciones de la SEES, CINVESTAV. . . . .	32
20.	El espectro FTIR para las nanopartículas de GO co-dopadas con los iones Dióxido de estaño, fue realizada en un espectrómetro Nicolet-6700-FT-IR. Esta medición fue realizada en el Cinvestav. . . . .	35
21.	Raman, Jobin-Yvon T64000. . . . .	36
22.	Espectrómetro de fotoelectrones emitidos por rayos X K-Alpha XPS. . . . .	37
23.	Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) con el equipo Zeiss-AURIGA, del cinvestav Zacatenco y como funciona internamente. . . . .	38
24.	Síntesis de Hummer para obtener GO, explicación del paso 1 al paso 4. . . . .	41

25. Síntesis de Hummer para obtener GO, explicación del paso 5 al paso 8.	42
26. Descripción visual de la síntesis del óxido de estaño por el método solvotermal . . . . .	45
27. Descripción visual de la síntesis del oxido de estaño por el metodo hidrotermal. . . . .	45
28. Descripción visual del decorado de dióxido de estaño y GO por el método hidrotermal. . . . .	47
29. Descripción visual de los pasos 1 al 4 de la preparación por la síntesis hidrotermal del ZnO. . . . .	49
30. Descripción visual de los pasos 5 al 7 de la preparación por la síntesis hidrotermal del ZnO. . . . .	50
31. Descripción visual de los pasos 1 al 6 de la preparación por la síntesis hidrotermal del decorado del ZnO con GO. . . . .	52
32. Patrón de difracción de rayos x del óxido de grafeno (GO). . . . .	54
33. A, espectro de absorbancia en UV-vis del óxido de grafeno. B, band gab calculado por el método de Tauc Plot. . . . .	55
34. Espectro en FTIR del GO. . . . .	56
35. Espectro RAMAN del óxido de grafeno para la banda D y G. . . . .	58
36. Microscopia electrónica de barrido del óxido de grafeno. . . . .	59
37. Patrón de difracción de rayos x del dióxido de estaño sin calcinar. . . . .	61
38. Patrón de difracción de rayos x del dióxido de estaño calcinado. . . . .	62
39. Patrón de difracción de rayos x del dióxido de estaño calcinado variando el tiempo y con temperatura fija. . . . .	64
40. A, espectro de absorbancia en UV del dióxido de estaño en sus 4 diferentes temperaturas. B, el cálculo del Band Gap por el método de Tauc Plot. . . . .	66
41. Espectro en FTIR de dióxido de estaño calcinado variando el tiempo de reacción de 10-40 h. . . . .	67
42. Espectro RAMAN del dióxido de estaño con la la temperatura fija y sus 4 variaciones de temperatura. . . . .	69

43. Microscopía electrónica de barrido del dióxido de estaño para las cuatro muestras: A para 10SnO <sub>2</sub> , B para 20SnO <sub>2</sub> , C para 30SnO <sub>2</sub> y D para 40SnO <sub>2</sub> . . . . .	70
44. Patrón de difracción de rayos x del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño, variando la concentración del medio de reacción del dióxido de estaño. . . . .	71
45. A, espectro de absorbancia en UV del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño variando la temperatura de 10 a 30 h. B, el cálculo del Band Gap por el método de Tauc Plot. . . . .	72
46. Espectro en FTIR del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño. . . . .	74
47. Espectro RAMAN del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño, donde se visualiza la banda D y G. . . . .	75
48. Espectro de XPS de los cuatro catalizadores decorados de SnO <sub>2</sub> @GO. . . . .	76
49. Espectro de XPS de los cuatro catalizadores decorados de SnO <sub>2</sub> @GO. . . . .	78
50. Microscopía electrónica de barrido del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño para las cuatro muestras: 10GO, 5GO, 2.5GO Y 1GO. . . . .	79
51. Patrón de difracción de rayos x del óxido de zinc variando valores de pH de 9 a 13. . . . .	81
52. Patrón de difracción de rayos x del óxido de zinc variando valores de temperatura para un tiempo de 4.5 h. . . . .	83
53. A, espectro de absorbancia en UV del óxido de zinc, variando la temperatura de 100 °C a 140 °C. B, el cálculo del Band Gap por el método de Tauc Plot. . . . .	85
54. Espectro RAMAN del óxido de zinc a diferentes condiciones de temperatura. . . . .	86
55. Patrón de difracción de rayos x del óxido de grafeno decorado con óxido de zinc variando valores de concentración en el precursor del ZnO. . . . .	87
56. A, espectro de absorbancia en UV del óxido de grafeno decorado con óxido de zinc en sus 4 diferentes concentraciones de precursor para el ZnO. B, el cálculo del Band Gap por el método de Tauc Plot. . . . .	89

57. Espectro RAMAN del óxido de grafeno decorado con óxido de zinc a diferentes concentraciones de precursor en el óxido de zinc. . . . .	91
58. Aliquotas de R6G y AM con catalizadores decorados de SnO <sub>2</sub> @GO. . . . .	93
59. Proceso fotocatalíticos de nanocompositos de SnO <sub>2</sub> @GO. . . . .	94
60. Espectro en UV-vis de 5GO en un alicuota de R6G. . . . .	95
61. Pruebas en oscuro y con lampara UV de la R6G. . . . .	96
62. Curvas de decoloración de R6G utilizando diferentes cantidades de SnO <sub>2</sub> @GO. . . . .	97
63. Pruebas de concentración de la R6G. . . . .	99
64. Porcentaje de decoloracion de catalizadores de SnO <sub>2</sub> @GO en R6G. . . . .	99
65. Espectro en UV-vis de AM. . . . .	100
66. Pruebas en oscuro y con lampara UV de la AM. . . . .	101
67. Curvas de decoloración de AM utilizando diferentes cantidades de SnO <sub>2</sub> @GO. . . . .	102
68. Pruebas de repetibilidad del azul de metileno. . . . .	104
69. Porcentaje de decoloracion de catalizadores de SnO <sub>2</sub> @GO en AM. . . . .	104
70. Aliquotas de R6G y AM con catalizadores decorados de ZnO@GO. . . . .	105
71. Proceso fotocatalítico de nanocompositos de ZnO@GO. . . . .	106
72. Pruebas en oscuro y con lampara UV de la R6G para los catalizadores de ZnO@GO, ZnO, GO y colorante AM. . . . .	108
73. Porcentaje de decoloracion de catalizadores de ZnO@GO en oscuro y UV en R6G. . . . .	110
74. Pruebas de reproducibilidad con lampara UV de los catalizadores de ZnO@GO en AM y R6G de acuerdo al cambio de color antes de la lampara UV. . . . .	111
75. Pruebas de reproducibilidad con lampara UV de los catalizadores de ZnO@GO en AM y R6G de acuerdo al cambio de color despues de 3 h en lampara UV. . . . .	111
76. Porcentaje de decoloracion de catalizadores de ZnO@GO en R6G. . . . .	112

77.	Pruebas en oscuro y con lampara UV de AM para los catalizadores decorados de ZnO@GO. . . . .	113
78.	Porcentaje de decoloracion de catalizadores de ZnO@GO en AM. . . . .	114
79.	Porcentaje de decoloracion de catalizadores de ZnO@GO en AM. . . . .	115
80.	Hoja técnica de Hidróxido de Sodio. . . . .	127
81.	Hoja técnica de Tetracloruro de Estaño Pentahidratado. . . . .	127
82.	Hojas técnicas de Permanganato potásico . . . . .	127
83.	Hoja técnica de Nitrato de sodio. . . . .	127
84.	Hoja técnica de HSnO <sub>2</sub> SOSnO <sub>4</sub> . . . . .	128
85.	Hoja técnica del azul de metileno. . . . .	128
86.	Hojas técnicas de Hexametilentetramina . . . . .	128
87.	Hoja técnica del "Zinc acetate dihydrate". . . . .	128
88.	Manual Técnico para la lámpara UV-C. . . . .	129
89.	Hoja Técnica de R6G. . . . .	129
90.	Pruebas de concentración de la R6G. . . . .	129
91.	Pruebas de concentración del azul de metileno. . . . .	129

## Índice de tablas

1.	Características de los reactivos para la síntesis de GO. . . . .	39
2.	Características de los reactivos para la síntesis de SnO <sub>2</sub> . . . . .	39
3.	Características de los reactivos para la síntesis de ZnO. . . . .	39
4.	Condiciones de las muestras de SnO <sub>2</sub> . . . . .	44
5.	Datos de NaOH y SnCl <sub>4</sub> · 5H <sub>2</sub> O. . . . .	47
6.	Datos de las muestras de SnO <sub>2</sub> . . . . .	47
7.	Condiciones de síntesis para las muestras en función del pH. . . . .	49
8.	Datos de NaOH y Zn(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O. . . . .	51
9.	Muestras de ZnO con sus respectivos valores de mol, volumen (ml) y masa (g) . . . . .	51
10.	Modos vibracionales y números de onda característicos para diferentes grupos químicos. . . . .	57

11.	Tamaño cristalino promedio siguiendo la metodología sin calcinar de Talebiann y Jafarinezhad [9]. . . . .	61
12.	Muestras de la Figura 38 y sus Características . . . . .	63
13.	Muestras de la Figura 39 y sus Características . . . . .	65
14.	Modos vibracionales característicos de diferentes grupos químicos del SnO. . . . .	67
15.	Frecuencias de modos vibracionales para muestras de SnO <sub>2</sub> . . . . .	69
16.	Materiales de SnO <sub>2</sub> @GO. . . . .	72
17.	Modos vibracionales de grupos químicos en GO y SnO <sub>2</sub> . . . . .	74
18.	Corrimiento RAMAN de las bandas características de SnO <sub>2</sub> @GO . . . . .	75
19.	Resultados de diferentes muestras con sus correspondientes picos, posiciones, FWHM, tamaños y promedios. . . . .	82
20.	Resultados de la variación en temperatura de muestras de ZnO con sus correspondientes picos, posiciones, FWHM, tamaños y promedios. . . . .	84
21.	Modos fononicos para diferentes muestras de ZnO. . . . .	86
22.	Resultados de la variación de precursor de muestras de ZnO@GO con sus correspondientes picos, posiciones, FWHM, tamaños y promedios. . . . .	88
23.	Bandas Raman del decorado de ZnO@GO, de ZnO y GO. . . . .	90
24.	Tabla de datos de materiales y sus propiedades en oscuro y UV con la R6G. . . . .	97
25.	Tabla de datos de materiales y sus propiedades en oscuro y UV para el azul de metileno. . . . .	102
26.	Comparación de la eficiencia del catalizador SnO <sub>2</sub> @GO frente a otros materiales reportados en la literatura. . . . .	105
27.	Tabla de datos de la eficiencia en oscuro y en UV de R6G. . . . .	110
28.	Tabla de datos de la eficiencia en oscuro y en UV de AM. . . . .	114
29.	Comparación de la eficiencia del catalizador ZnO@GO frente a otros materiales reportados en la literatura. . . . .	116
30.	Licencias y URLs de Programas . . . . .	130

## Acrónimos

**AM:** Azul de Metíleno.

**CNT:** Nanotubos de carbono (estructuras cilíndricas de carbono), por su acrónimo en inglés (Carbon Nanotubes, CNT).

**COP:** Contaminantes orgánicos persistentes.

**DRX:** Difracción de Rayos X.

**ELA:** Esclerosis lateral amiotrófica.

**FTIR:** Por sus siglas en inglés, Fourier Transform Infrared (FTIR).

**FWHM:** Anchura a la altura media, por sus siglas en Inglés Full Width at Half Maximum.

**GO:** Óxido de Grafeno.

**MO:** Naranja de metilo.

**NC:** Nanocompositos.

**ODS:** Objetivos de Desarrollo Sostenible.

**ONU:** Organización de las Naciones Unidas.

**POA:** Proceso de oxidación avanzada.

**R6G:** Rodamina 6G.

**ROS:** Especies reactivas de oxígeno.

**SEM:** Microscopía Electrónica de Barrido.

**SnO<sub>2</sub>:** Dióxido de Estaño.

**UV:** Luz ultravioleta.

**ZnO:** Óxido de Zinc.

## Glosario

**Antraquinonas:** Compuestos químicos orgánicos aromáticos que se encuentran de forma natural en varias plantas.

**Ángulos de Bragg:** Los ángulos en los que ocurren los picos de intensidad en el patrón de difracción se conocen como ángulos de Bragg.

**Band gap (Banda prohibida):** La “banda prohibida” o “band gap” en inglés, es un concepto importante en la electrónica y la física de materiales que se refiere a la diferencia de energía entre la banda de valencia y la banda de conducción en un material semiconductor.

**Banda de Conducción:** La banda de conducción es la región de energía que está justo por encima de la banda de valencia.

**Banda de Valencia:** En un material, los electrones se encuentran en niveles de energía discretos llamados orbitales.

**Banda Prohibida:** La banda prohibida es la brecha de energía entre la banda de valencia y la banda de conducción.

**Fluorescencia:** Es la característica de algunos materiales de emitir luz visible después de absorber radiación que no es visible.

**FWHM:** Es la anchura a media altura que presenta un determinado pico de emisión en una distribución normal.

**NC:** Un nanocompuesto es un material compuesto o multifásico que tiene una o más fases con una dimensión menor a 100 nanómetros (nm).

**Recalcitrantes:** Dificultad de degradar colorantes.

## 1. Introducción

Dentro de los 17 Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS) se encuentra el objetivo de “Agua limpia y saneamiento” que busca que los países implementen acciones a favor de la descontaminación del agua, ya que el agua es un líquido de suma importancia para la supervivencia de los seres vivos [10].

Es indispensable para el ser humano, en su vida, para el uso y consumo en la agricultura, la ganadería y la producción, en la industria energética se utiliza para producir paneles solares y limpiarlos; en las centrales nucleoeléctricas como método de enfriamiento y producción de vapor para mover las turbinas y generar energía eléctrica; para producir biocombustibles [11].

El problema que existe con respecto a tratar de proporcionar agua limpia para cumplir nuestras necesidades básicas, es que al contaminarse estamos alterando el ciclo del agua, aquí es importante mencionar el problema, los colorantes orgánicos suelen ser una de muchas causas debido a sus características tóxicas y que son muy recalcitrantes ante la luz UV, por lo que persisten en los cuerpos de agua [11].

Existen una variedad de más de diez mil tintes y colorantes que se emplean principalmente en la industria textil, papelería, cosmética, alimenticia, cervecera, azucarera, curtido, destilería y toda aquella que necesite mejorar el color de su producto para el ojo del consumidor [12].

Siendo más específicos, la industria textil es la principal responsable de la aportación significativa de efluentes al medio ambiente, que de acuerdo con Cortazar A., se producen cerca de  $120 \text{ m}^3/\text{Ton}$  agua contaminada con una concentración de colorante de 1100-1300 (unidades Hazen) [11].

En este trabajo se investiga con tecnología de oxidación avanzada la degradación de dos colorantes utilizados por la industria textil, la Rodamina 6G y el azul de metileno (MB). Colorantes, muy fotosensibles, líquidos y tóxicos, por lo tanto, al entrar en contacto con ríos, lagos, algún medio acuático natural, los perjudica o daña al evitar el paso de luz, evitando así procesos importantes como son: la fotosíntesis, fotoquímicos y biológicos de la vida acuática[13].

Además de contaminar el agua, se ha determinado que los contaminantes textiles (MB, RhB, MO, etc.) son precursores de enfermedades que causan alteraciones en el ritmo

cardíaco, náuseas, vómito, cianosis (piel azulada) y la muerte de tejido por falta de oxígeno o sangre; a altas concentraciones, también son mutágenos y cancerígenos [14, 15].

En la Oxidación Avanzada existe el proceso fotoquímico llamado fotocatálisis, dicho de otro modo, esta tecnología consiste en la implementación de nanomateriales semiconductores que funcionan como catalizadores al interactuar con luz UV y generar radical hidroxilo que se emplean para degradar los cromóforos, azo, carbonilo, metilo, nitro y quinoides que conforman a los colorantes orgánicos como Azul de metileno y la rodamina 6G [16, 15].

A partir de la implementación de la síntesis hidrotermal y el método de Hummers se obtendrán los semiconductores de  $\text{SnO}_2$  y  $\text{ZnO}$  para combinarlos con GO, se eligieron estos materiales debido a que son abundantes y fáciles de sintetizar, además de poseer una banda ancha entre 3.3 y 3.6 eV que facilita la excitación de electrones de la banda de valencia a la banda de conducción [17, 15, 18, 19, 20, 21, 22, 23].

La síntesis hidrotermal es un método de fabricación de materiales que permite el control preciso de las propiedades de los catalizadores a través de la variación de parámetros como el tiempo, la temperatura y el pH. Este control es esencial para optimizar la actividad photocatalítica de los semiconductores [17].

Las técnicas para caracterizar los materiales obtenidos fueron SEM, para identificar la morfología y tamaño; DRX, para caracterizar estructuralmente el material, mediante la indexación de los picos de difracción y su comparación con las cartas cristalográficas de referencia; RAMAN, para identificar los modos vibracionales; FTIR, para identificar tipos de enlaces; XPS, para identificar el porcentaje y tipo de oxidación; UV-vis, para identificar el band gap de nuestro material.

Este estudio tiene como objetivo no solo mejorar la eficiencia de los catalizadores, sino también contribuir a la sostenibilidad ambiental mediante el desarrollo de métodos más efectivos para el tratamiento de aguas residuales. La optimización de la síntesis hidrotermal para la creación de catalizadores de alta calidad puede representar un avance significativo en la tecnología de fotocatálisis, ofreciendo soluciones viables y ecológicas para la eliminación de contaminantes industriales [18].

## 2. Antecedentes

La creciente industrialización ha llevado a un aumento significativo en la generación de efluentes industriales, muchos de los cuales contienen colorantes sintéticos como el Azul de metileno y la rodamina 6G. Estos colorantes, presentes en las aguas residuales de industrias textiles, de papel y de alimentos, son compuestos orgánicos complejos que presentan una alta resistencia a la degradación biológica, lo que los convierte en contaminantes persistentes en el medio ambiente [17].

Su presencia en cuerpos de agua puede causar efectos adversos en los ecosistemas acuáticos, afectando la fotosíntesis de plantas acuáticas y acumulándose en los organismos, lo que plantea riesgos para la salud humana y animal [15].

La fotocatálisis ha emergido como una técnica prometedora para la degradación de contaminantes orgánicos debido a su capacidad para generar especies reactivas de oxígeno (ROS) bajo la irradiación de luz. Entre estas especies, los radicales hidroxilo ( $\bullet\text{OH}$ ) son altamente reactivos y eficaces en la oxidación de compuestos orgánicos complejos, transformándolos en productos menos nocivos o completamente minerales [18].

Los semiconductores como el dióxido de estaño ( $\text{SnO}_2$ ) y el óxido de zinc ( $\text{ZnO}$ ) han sido ampliamente investigados debido a sus propiedades electrónicas y fotocatalíticas favorables [24]. Sin embargo, la optimización de sus características para aplicaciones específicas requiere un control preciso sobre su síntesis. Ya que mediante este control, es posible controlar la morfología, tamaño, estructura y funcionalización superficial de los materiales, y por ende sus propiedades.

La síntesis hidrotermal es un método que permite la formación de materiales con morfologías y estructuras controladas mediante la variación de parámetros como la temperatura, el tiempo y el pH durante el proceso de síntesis [19].

Este método ofrece ventajas significativas en términos de pureza y uniformidad de los productos obtenidos, lo que es crucial para mejorar la actividad fotocatalítica [20].

Investigaciones previas han demostrado que la síntesis hidrotermal puede ser utilizada para preparar nanomateriales de  $\text{SnO}_2$  y  $\text{ZnO}$  con propiedades mejoradas. Por ejemplo, estudios han reportado que la modificación de la temperatura y el tiempo de reacción puede influir en el tamaño de partícula y la superficie específica de los catalizadores, factores que afectan directamente su eficiencia fotocatalítica.

Además, se ha observado que el pH del medio de reacción puede alterar la morfología y la distribución de defectos en el material, lo que también juega un papel importante en la actividad fotocatalítica[21].

Por lo tanto, es fundamental investigar y optimizar las condiciones de síntesis hidrotermal para desarrollar catalizadores de SnO<sub>2</sub> y ZnO que puedan degradar eficientemente colorantes como el Azul de metileno y la rodamina 6G. Este trabajo pretende contribuir al conocimiento existente mediante la identificación de las condiciones óptimas de síntesis y la evaluación de la eficacia de los catalizadores obtenidos en la degradación de estos colorantes, promoviendo así una solución viable para el tratamiento de efluentes industriales[22].

La combinación de SnO<sub>2</sub> con GO forma una heterounión que busca mejorar la separación de los pares electrón-hueco y extender la absorción de luz hacia el espectro visible. GO actúa como un soporte que facilita la dispersión de SnO<sub>2</sub> y previene su aglomeración, lo cual es crucial para mantener una alta superficie activa. Además, el GO puede mejorar la transferencia de carga entre SnO<sub>2</sub> y los contaminantes, aumentando la eficiencia de la fotocatálisis [23].

Diversos estudios han demostrado que la integración de GO con SnO<sub>2</sub> mejora significativamente la separación de cargas fotogeneradas, reduciendo la recombinación y aumentando la vida útil de los pares electrón-hueco. Esto se traduce en una mayor eficiencia fotocatalítica [25]. La presencia de GO en la heterounión permite una transferencia de electrones más eficiente, disminuyendo así la recombinación de cargas y mejorando la actividad fotocatalítica del material compuesto [26].

Investigaciones han mostrado que la heterounión de SnO<sub>2</sub> y GO es efectiva en la degradación de varios contaminantes orgánicos, incluyendo colorantes como el azul de metileno y la rodamina 6G. La mejora en la actividad fotocatalítica se atribuye a la sinergia entre SnO<sub>2</sub> y GO, donde GO no solo actúa como un adsorbente de contaminantes, debido a la abundancia de grupos funcionales en su superficie y en los bordes, facilitando la transferencia de carga [19].

Las condiciones de síntesis, tales como la temperatura, el tiempo de reacción y las condiciones de calcinación, juegan un papel crucial en la formación y eficiencia de la heterounión SnO<sub>2</sub>-GO. Estudios han identificado que la síntesis hidrotermal es una técnica efectiva para obtener una buena dispersión de SnO<sub>2</sub> sobre GO, optimizando las propiedades fotocatalíticas del material compuesto [20].

El ZnO es un semiconductor con un ancho de banda de energía directo de aproximadamente 3.37 eV, lo que le permite absorber luz UV. Bajo irradiación UV, el ZnO genera radical hidroxilo ( $\text{OH}\bullet$ ), que son altamente reactivos y capaces de descomponer una variedad de contaminantes orgánicos.

Sin embargo, una de las limitaciones principales del ZnO es su alta tasa de recombinación de pares electrón-hueco, lo cual reduce su actividad fotocatalítica. Para superar esta limitación, se han explorado diversas estrategias, entre las que se incluye la combinación de ZnO con otros materiales para formar heterouniones.

El grafeno óxido (GO) es una forma de grafeno funcionalizada con grupos oxigenados en su superficie y en los bordes, que mejoran su dispersión en soluciones acuosas y su interacción con otros materiales. GO posee propiedades electrónicas únicas, alta superficie específica y capacidad para adsorber contaminantes, lo que lo convierte en un excelente candidato para mejorar las propiedades fotocatalíticas de semiconductores como el ZnO.

La combinación de ZnO con GO forma una heterounión que busca mejorar la separación de los pares electrón-hueco y extender la absorción de luz hacia el espectro visible. GO actúa como un soporte que facilita la dispersión de ZnO y previene su aglomeración, lo cual es crucial para mantener una alta superficie activa. Además, el GO puede mejorar la transferencia de carga entre ZnO y los contaminantes, aumentando la eficiencia de la fotocatálisis [27, 28, 29, 30, 31].

Diversos estudios han demostrado que la integración de GO con ZnO mejora significativamente la separación de cargas fotogeneradas, reduciendo la recombinación y aumentando la vida útil de los pares electrón-hueco. Esto se traduce en una mayor eficiencia fotocatalítica [32].

La presencia de GO en la heterounión permite una transferencia de electrones más eficiente, disminuyendo así la recombinación de cargas y mejorando la actividad fotocatalítica del material compuesto [33].

Las investigaciones han mostrado que la heterounión de ZnO y GO es efectiva en la degradación de varios contaminantes orgánicos, incluyendo colorantes como el azul de metíleno y la rodamina 6G. La mejora en la actividad fotocatalítica se atribuye a la sinergia entre ZnO y GO, donde GO no solo actúa como un adsorbente de contaminantes, sino también como un facilitador en la transferencia de carga [34].

Las condiciones de síntesis, tales como la temperatura, el tiempo de reacción y las condiciones de calcinación, juegan un papel crucial en la formación y eficiencia de la heterounión ZnO-GO. Estudios han identificado que la síntesis hidrotermal es una técnica efectiva para obtener una buena dispersión de ZnO sobre GO, optimizando las propiedades fotocatalíticas del material compuesto [35].

### **3. Objetivo**

#### **3.1. Objetivo General.**

Sintetizar óxido de grafeno decorado con nanopartículas de ZnO y SnO<sub>2</sub> por medio del método hidrotermal y evaluar su actividad fotocatalítica para la degradación de rodamina 6G.

#### **3.2. Objetivos Específicos.**

1. Sintetizar óxido de grafeno decorado con nanopartículas de ZnO y SnO<sub>2</sub> por medio del método hidrotermal y evaluar su actividad fotocatalítica para la degradación de rodamina 6G y azul de metileno.
2. Obtener óxido de grafeno mediante el método de Hummers modificado.
3. Caracterizar morfológica y estructuralmente el óxido de grafeno mediante SEM, TEM y XPS.
4. Sintetizar mediante el método hidrotermal nanopartículas de ZnO y SnO<sub>2</sub>.
5. Caracterizar estructural y morfológicamente las nanopartículas de ZnO y SnO<sub>2</sub>.
6. Decorar el óxido de grafeno con las nanopartículas de ZnO y SnO<sub>2</sub> mediante métodos químicos.
7. Caracterizar estructural y morfológicamente el óxido de grafeno decorado mediante SEM, TEM, DRX y RAMAN.
8. Determinar la eficiencia fotocatalítica para la degradación de la rodamina 6G y azul de metileno, mediante el uso del óxido de grafeno decorado con ambos óxidos metálicos.
9. Validar los sistemas de óxido de grafeno decorados con los óxidos metálicos mediante la comparación de los resultados obtenidos con la literatura reportada.

#### **3.3. Hipótesis**

Observaciones experimentales en el laboratorio sugieren que GO tiene la capacidad de degradar fotocatalíticamente colorantes orgánicos, aun bajo luz visible. Proponemos que la eficiencia de degradación podría incrementarse si las hojas de GO se decoran con

nanopartículas de óxidos inorgánicos como ZnO y SnO<sub>2</sub>, y los experimentos se realizan bajo radiación visible y UV, dado que estos óxidos han demostrado ser eficaces en la degradación photocatalítica de colorantes en la región espectral UV.

## 4. Marco Teórico

Los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS) fueron redactados y aprobados entre 2015 y 2016 e involucran la participación de 193 países miembros de la Organización de las Naciones Unidas (ONU), quienes se unieron para ejecutar un plan a favor del bienestar de las personas y futuras generaciones en el medio ambiente, la prosperidad para fortalecer la paz mundial y el fácil acceso a la justicia para el año 2030[10].

Este plan está conformado a partir de 17 objetivos de desarrollo sostenible, 9 de ellos son conocidos como límites planetarios, estos son de importancia mundial, ya que a partir de estos depende la humanidad para continuar con su desarrollo futuro y estabilidad del medio ambiente y si se sobrepasa la zona segura no podremos retornar [1].

De acuerdo con el Centro de Resiliencia de Estocolmo, en 2023 un grupo de investigadores cuantificó estos 9 procesos que regulan la vida en el planeta. No todos se pueden medir con exactitud debido a las variables del planeta, pero sí se pueden identificar cuando sobrepasamos la zona segura, de riesgo creciente y de riesgo debido a las consecuencias que conllevan.

Esta investigación concluyó que seis de los nueve límites han sobrepasado la segunda zona de riesgo creciente. Lo que puede ocasionar cambios bruscos o irreversibles en el medio ambiente, provocando el colapso de nuestra sociedad [12].

Los 9 límites planetarios son: integridad de la biosfera, cambio climático, flujos bioquímicos, cambio del uso del suelo, incorporación de nuevas entidades, reducción del ozono estratosférico, carga de aerosoles atmosféricos, acidificación del océano y uso del agua dulce como se ilustra en la Figura 1 [1].

En el presente trabajo nos enfocaremos en un hilo de la investigación para degradar colorantes orgánicos que se encuentran en aguas residuales textiles, para aportar al objetivo de desarrollo sustentable conocido como “Uso del agua dulce”, considerando que este objetivo se encuentra en el área de acción segura.

Es la problemática que tiene un crecimiento acelerado y preocupante, solo el 2.5 % del agua en la superficie terrestre es agua dulce. Este porcentaje disminuye día con día por la contaminación del desarrollo humano. [12].

## Los 9 límites planetarios

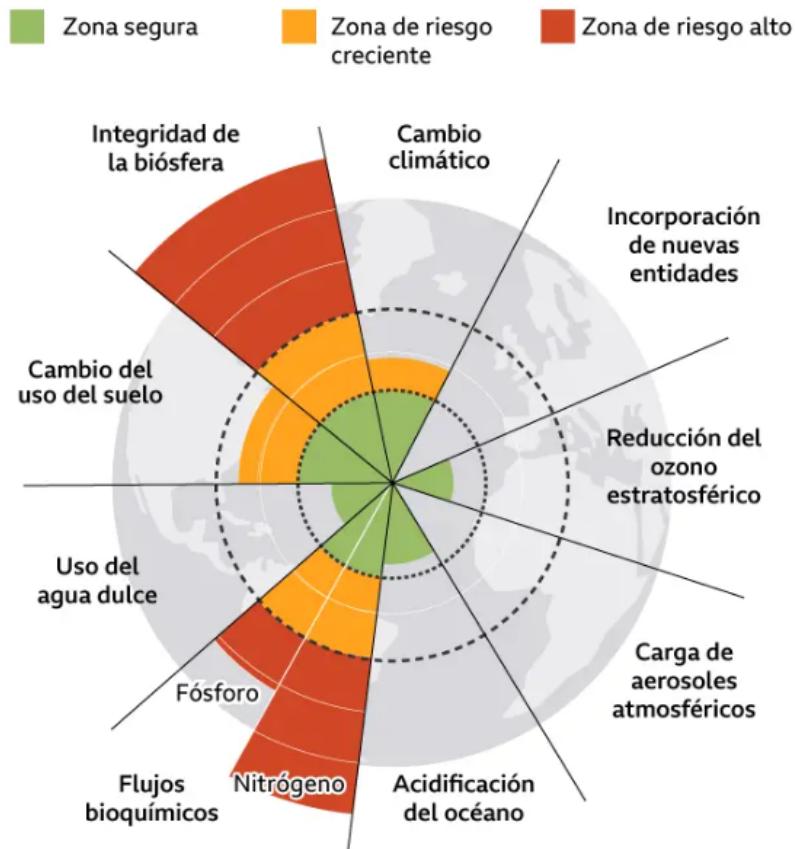


Figura 1: Los 9 límites planetarios [1].

### 4.1. Características típicas de aguas residuales textiles

Antes de adentrarnos acerca de los catalizadores, es importante comenzar desde el problema que son los colorantes de tipo orgánico, ya que estos están formados por grupos de átomos llamados cromóforos. Estas moléculas se consideran importantes porque absorben selectivamente el color, para poder visualizarlo y distinguirlo ante el ojo humano [36]. Entre las moléculas que le dan ese color vibrante a los textiles se encuentran:

- **Azo (-N=N-):** El cromóforo azo, se encuentra en los colorantes azoicos que son utilizados en la industria artificial o en pintura por la particularidad de su doble enlace entre los átomos de nitrógeno, es responsable de darle color a la R6G, ya que su característica principal es absorber la luz visible.

- **Carbonilo (C=O):** Este grupo es el más importante en la química orgánica, se encuentra en tintes como las antraquinonas debido a la absorción de la luz a través de la resonancia del enlace carbono-oxígeno.
- **Metilo (-CH<sub>3</sub>):** aunque el grupo metilo en sí no es un cromóforo, pero dependiendo el número de metilos en la molécula, puede incrementar el tono y afectar la solubilidad del tinte.
- **Nitro (-NO<sub>2</sub>):** Los colorantes que contienen este grupo se caracterizan por ser muy brillantes y muy reactivos, por lo que se utilizan en determinadas aplicaciones industriales y a nivel laboratorio.
- **Grupos quinoides:** estos grupos se encuentran comúnmente en tintes derivados de quinonas, como las antraquinonas, y son responsables de colores fuertes y estables que se implementan para repelentes, pinturas y medicamentos.

## 4.2. Colorantes

Entre los principales agravantes de la contaminación del agua se encuentran la industria azucarera, cervecera, de la destilería, del curtido, pulpa y papel y la más importante, la textil, que utiliza 120 m<sup>3</sup>/Ton de fibra con una concentración de color entre 1100 y 1300 en unidades Hazen de acuerdo con Adriana Cortazar et al [12].

Por sus características se les considera peligrosos para la vida silvestre y los seres humanos, son causantes de enfermedades en altas concentraciones y de la eutrofización, que consiste en el crecimiento descontrolado de las algas en los ríos que impiden el paso de los rayos del sol a los cuerpos de agua, evitando la oxigenación del mismo y, en consecuencia, la muerte de la fauna acuática [16].

### 4.2.1. Xantenos

Entre la clasificación de los colorantes orgánicos, existen los xantenos, que se caracterizan por poseer una estructura molecular heterocíclica, con la capacidad de absorber la luz a una longitud de onda entre 570 y 590 nm, que le pertenece al color amarillo, razón de su fuerte fluorescencia. Se utiliza como detector molecular bajo el microscopio, cirugía láser y detección de pesticidas y fármacos [37].

La estructura molecular que poseen los xantenos está organizada por dos anillos de benceno conectados a través de un anillo de pirano central con un átomo de oxígeno, un ejemplo sería la eosina (Figura 2) que tiene dos átomos de bromo conectados a cada benceno y dos moléculas de dióxido de nitrógeno.

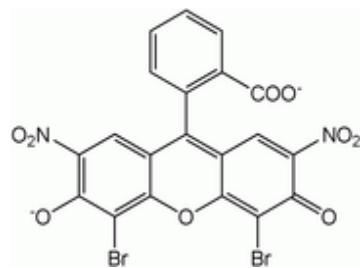


Figura 2: Molécula característica de la eosina [2].

#### 4.2.2. Rodaminas

La rodamina de la molécula de la Figura 3, es un tinte fluoróforo perteneciente a la familia de los colorantes orgánicos xantenos. Debido a su excelente fotoestabilidad y propiedades fotofísicas, la rodamina se puede utilizar en tintes láser, estándares fluorescentes, pigmentos fluorescentes y sondas para caracterizar la superficie, polimerización de nanopartículas poliméricas, detección de bioconjungados, estudios de adsorción de oligonucleótidos en látex, dinámica de micelas e imágenes de células vivas [37].

Dependiendo de los sustituyentes G, R1, R2, R3, R4 e incluso los contraiones (generalmente) en su estructura molecular, los tintes exhibirán diferentes propiedades fotofísicas en solución, como diferentes máximos de absorción y emisión, tiempos de fluorescencia y rendimiento cuántico de fluorescencia [37].

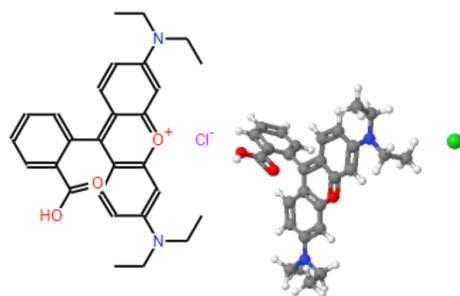


Figura 3: Molécula característica de las rodaminas . La figura se obtuvo de biomodel.uah.es y de [3].

#### 4.2.3. Rodamina 6G

La Rodamina 6G (R6G) con estructura molecular de la Figura 4, es un colorante fluorescente ampliamente utilizado en aplicaciones industriales, de laboratorio y como trazador en estudios de flujo de agua. Su liberación en el medio ambiente, especialmente en cuerpos de agua, es motivo de preocupación debido a su estabilidad química y potencial bioacumulativo.

La R6G puede persistir en el agua durante largos períodos, y las concentraciones que se encuentran comúnmente en aguas residuales industriales oscilan entre 0.01 y 1 mg/L. Aunque parece ser una concentración baja, incluso pequeñas cantidades de R6G pueden impactar negativamente los ecosistemas acuáticos al afectar la fotosíntesis de las plantas acuáticas y la calidad del agua [15].

La Rodamina 6G es conocida por su toxicidad en organismos acuáticos. La exposición a concentraciones superiores a 0.1 mg/L puede resultar en efectos adversos para organismos como peces, algas y bacterias. La R6G puede inducir daño celular al generar especies reactivas de oxígeno (ROS), lo que lleva a estrés oxidativos y daño en las membranas celulares.

En humanos, la R6G es considerada un posible carcinógeno, y la exposición prolongada o en altas concentraciones puede resultar en irritación de la piel y las vías respiratorias, así como posibles daños hepáticos y renales. Aunque su uso en aplicaciones médicas es limitado, la exposición accidental a altas dosis puede presentar riesgos para la salud.

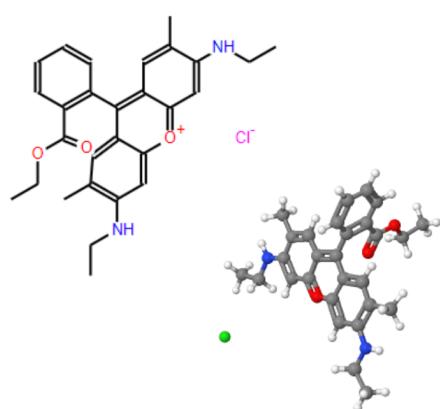


Figura 4: Estructura molecular de la R6G de metileno, colorante de la familia de los xantenos, formado por dos cromóforos, un grupo dibenzopireno y un grupo carboxifenilo [3].

#### 4.2.4. Triarimetano

Los colorantes orgánicos del grupo de los triarimetano se utilizan para la fabricación de tinta que absorbe la luz a una longitud de onda entre 380 y 500 nm que es característica del color azul. En la industria se utiliza para darle ese color vibrante al papel, tintas de impresión, de pastas para bolígrafos, etc. Bajo el término de “Azul Victoria” se conoce un grupo de colorantes de triarilmelano catiónicos, que contienen un resto naftilo sustituido por alquilamino y/o por arilamino[38]. Están formados por tres bencenos, como se ilustra en la Figura 5.

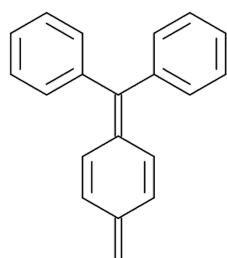


Figura 5: Molécula de triarimetano [3].

#### 4.2.5. Azul de Metileno

El azul de metileno, con estructura molecular de la Figura 6, es un compuesto químico que se utiliza en una variedad de aplicaciones, incluyendo la industria química, la microbiología, la medicina y la tintura de tejidos [38].

Es importante destacar que el uso de azul de metileno debe llevarse a cabo con precaución y siguiendo las pautas de seguridad adecuadas, ya que es una sustancia química y puede tener efectos adversos en la salud si se maneja de manera inapropiada. Además, las investigaciones sobre sus posibles aplicaciones médicas siguen siendo objeto de estudio y desarrollo [38].

Los estudios han demostrado que concentraciones de AM tan bajas como 0.1 a 1 mg/L pueden ser tóxicas para ciertos organismos acuáticos, como peces y algas. Estas concentraciones pueden causar alteraciones en la respiración y la función celular, además de afectar la capacidad fotosintética de las plantas acuáticas.

Las dosis terapéuticas en medicina suelen ser seguras y oscilan entre 1-2 mg/kg de peso corporal. Sin embargo, una sobredosis o exposición accidental a cantidades superiores

puede resultar en efectos adversos como metahemoglobinemia, que afecta la capacidad de la sangre para transportar oxígeno.

La exposición dérmica o inhalatoria al polvo o a soluciones concentradas puede causar irritación, y la ingestión de cantidades superiores a 7 mg/kg puede ser peligrosa, llevando a síntomas como náuseas, vómitos y mareos.

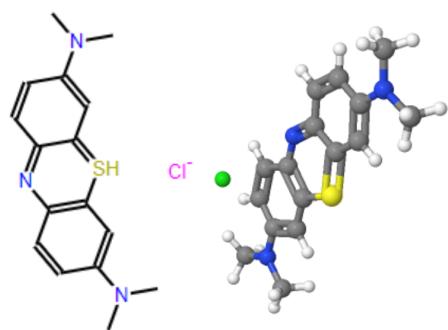


Figura 6: Estructura molecular del azul de metileno, colorante perteneciente a la familia de los trifénilmétano, formada por un compuesto aromático, dos aminas y cuatro metileno [3].

### 4.3. Métodos para degradar colorantes

Los colorantes industriales son compuestos orgánicos que se utilizan ampliamente en diversas industrias, como la textil, papelera, alimentaria y cosmética. Sin embargo, la liberación de estos colorantes en cuerpos de agua puede causar contaminación significativa debido a su naturaleza tóxica y resistencia a la degradación. Por lo tanto, es crucial desarrollar y aplicar métodos eficaces para la degradación de estos compuestos. Como se ilustra

en la Figura 7 algunas de las tecnologías que existen para combatir los efluentes en los cuerpos de agua, desde los físicos, químicos, biológicos, electroquímicos y en los que nos vamos a enfocar, que son los métodos de Oxidación Avanzada [39, 40, 41, 2].

Cada uno cuenta con sus ventajas y desventajas, pero elegiremos la Oxidación Avanzada porque a partir de la energía de la luz UV del medio, es posible descomponer los cromóforos de colorantes como R6G y AM.



Figura 7: Métodos de degradación.

#### 4.4. Tipos de procesos de oxidación avanzada

Las tecnologías que intervienen en la calidad del agua a través de la adsorción, la coagulación y la separación por membranas, son técnicas, que solo tienen la capacidad de concentrar o transformar los contaminantes orgánicos recalcitrantes en la fase sólida constituyente del agua. Por lo tanto, es inevitable la implementación de tratamientos adicionales para transformar los contaminantes secundarios persistentes y activar el proceso de regeneración de los adsorbentes que requieren costo adicional [16].

Cada método tiene sus propias ventajas y desventajas, y la elección del método adecuado depende de factores como el tipo de colorante, la concentración de contaminantes, el costo y las regulaciones ambientales. Los métodos de oxidación avanzada, aunque pueden ser más costosos, ofrecen una gran eficiencia en la degradación de colorantes debido a la capacidad de los radicales libres para atacar y descomponer una amplia gama de contaminantes orgánicos. Estos se clasifican en procesos homogéneos y heterogéneos con dos subcategorías de no fotoquímicos y fotoquímicos, como se ilustra en el diagrama de la Figura 8.

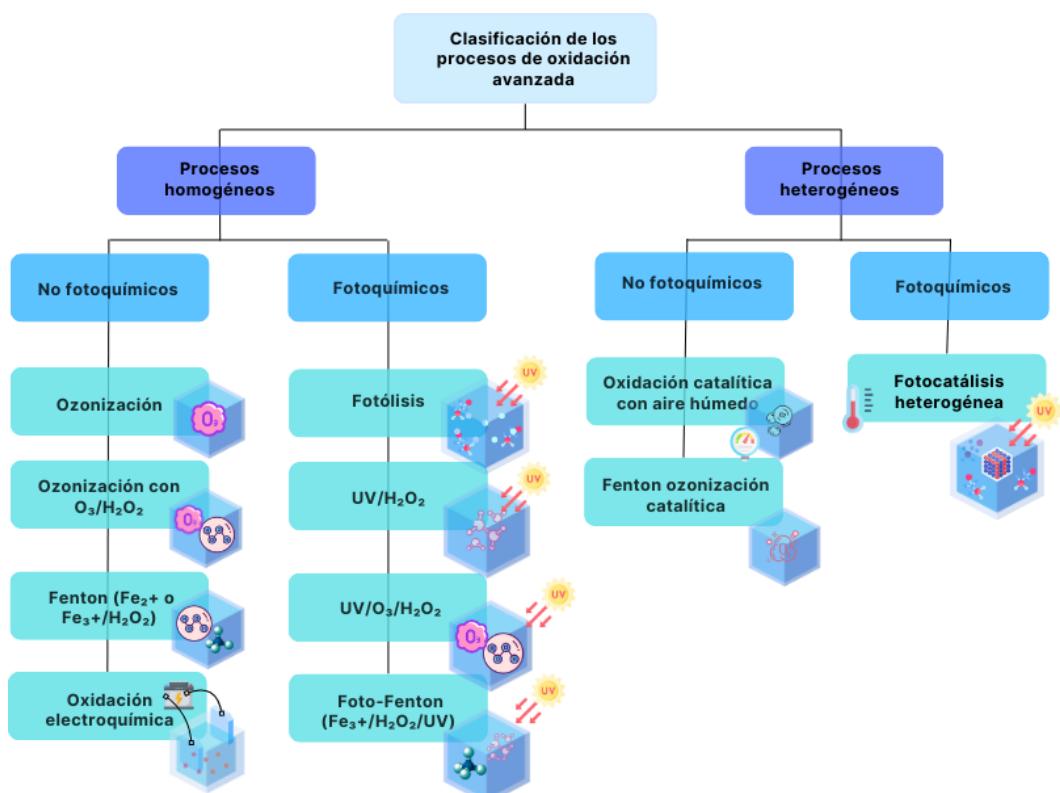


Figura 8: Diagrama de tipos de Oxidación Avanzada.

## 4.5. Fotocatálisis heterogénea

La fotocatálisis (Figura 9) es un proceso de adsorción, donde especies reactivas se unen a la superficie del fotocatalizador; es esencial para la activación de reacciones químicas. Los sitios activos en la superficie del fotocatalizador actúan como centros de adsorción, facilitando la interacción entre reactantes y promoviendo la formación de complejos reactivos [13, 17].

Las reacciones subsiguientes, gobernadas por la cinética de reacción y barreras energéticas, determinan la eficiencia y selectividad del proceso fotocatalítico. En el mecanismo de Langmuir-Hinshelwood, estas reacciones son típicamente de primer orden o pseudo-primer orden. La cinética de reacción se ha analizado detalladamente mediante técnicas de seguimiento, espectroscopía y electroquímica [14].

La desorción de productos es un paso crucial que regenera los sitios activos para iniciar nuevas reacciones. La eficiencia de la desorción se ve influenciada por factores como la temperatura, presión y la naturaleza de las especies adsorbidas y productos formados. Estudios teóricos y experimentales han proporcionado entendimiento sobre la termodinámica de la desorción y su impacto en la eficiencia global de la fotocatálisis [42].

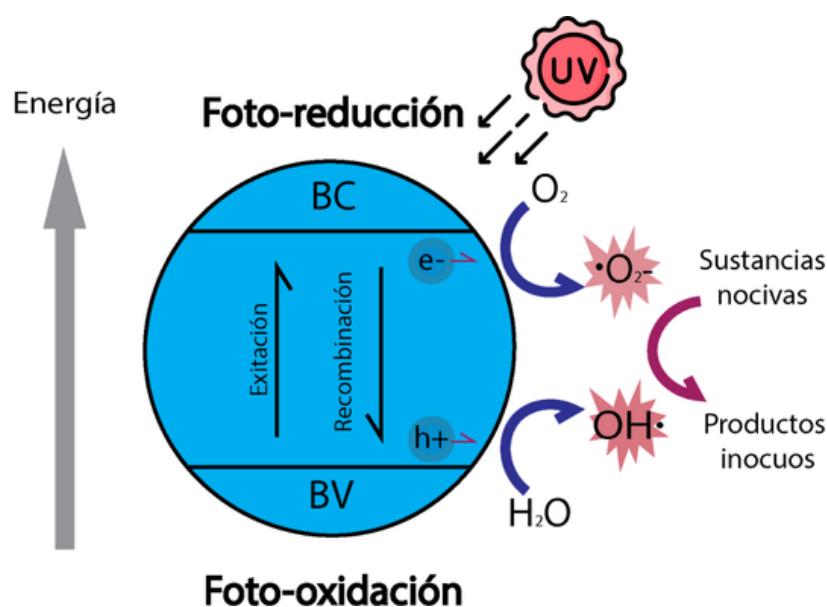


Figura 9: Imagen que describe el proceso de la fotocatálisis al convertir la energía solar en energía química.

#### 4.5.1. Métodos de fotocatalisis

##### Mecanismo de Langmuir-Hinshelwood

La adsorción inicial de especies reactivas en la superficie del fotocatalizador emerge como un paso crucial para activar reacciones químicas. Los sitios activos en la superficie del fotocatalizador actúan como centros de absorción para especies reactivas en fase líquida o gaseosa. El escrutinio de este proceso de adsorción implica técnicas experimentales sofisticadas como la espectroscopía infrarroja y la microscopía de fuerza atómica, proporcionando detalles intrincados sobre la naturaleza de los enlaces formados entre las especies y la superficie del fotocatalizador [17].

Las subsiguientes reacciones entre las especies adsorbidas están dictadas por la cinética de reacción y las barreras energéticas inherentes en cada etapa del proceso. En el mecanismo de Langmuir-Hinshelwood (Figura 10), estas reacciones generalmente exhiben cinética de primer orden o pseudo-primer orden, dicho de otra forma, la concentración de una de las especies reactivas es responsable de la velocidad de reacción. La cinética de reacción, examinada a través de métodos como el seguimiento de reacciones, la espectroscopía de absorción y técnicas electroquímicas, desempeña un papel crucial en determinar la eficiencia y selectividad del proceso fotocatalítico [17].

Crucialmente, la desorción de productos culmina el mecanismo de Langmuir-Hinshelwood, rejuveneciendo los sitios activos en la superficie del fotocatalizador para iniciar nuevas reacciones. La eficacia de la desorción se ve influenciada por parámetros como la temperatura, la presión y la naturaleza de las especies adsorbidas y los productos formados. Estudios teóricos y experimentales han desentrañado la termodinámica de la desorción, elucidando su impacto en la eficiencia global de la fotocatálisis [17].

En resumen, el mecanismo de Langmuir-Hinshelwood gobierna intrincadamente la fotocatálisis heterogénea, dirigiendo la adsorción de especies reactivas, las subsiguientes reacciones entre especies adsorbidas y la desorción de productos. Este mecanismo, sujeto a una exploración extensiva en la literatura científica mediante técnicas experimentales y estudios teóricos, proporciona una comprensión profunda de los factores que dictan la eficiencia y selectividad en la fotocatálisis [17].

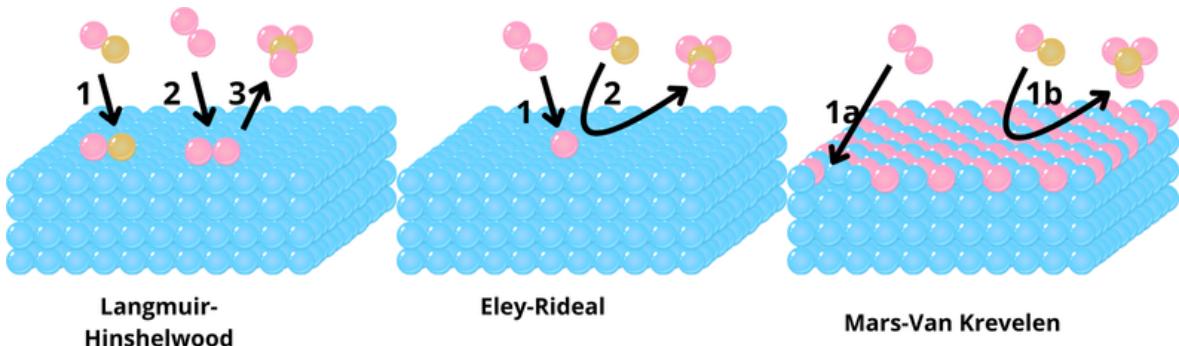


Figura 10: Pruebas en oscuro y con lampara UV de la R6G[4, 5].

#### 4.6. Nanotecnología

La nanotecnología es la parte de los nanomateriales que se enfoca en poner en práctica las propiedades de los nanomateriales, es muy diferente lo que ocurre a nivel experimental en el laboratorio que a nivel industrial, es decir, al incrementar el tamaño de las partículas su morfología cambia y en consecuencia también cambian sus características eléctricas, ópticas, magnéticas. Es un proceso muy complicado por estar en pleno desarrollo, pero está en constante evolución por todas las investigaciones que se están llevando a cabo.[10]

#### 4.7. Nanociencia

La nanociencia junto con la nanotecnología son dos temas nuevos en la ciencia de los materiales, debido a que nos dan la oportunidad de investigar los fenómenos que a simple vista serían imperceptibles al ojo humano, ya que solo se presenta en tamaño molecular. Lo interesante de la nanociencia es que a escala nanométrica los materiales tienen capacidades diferentes a las que tienen a escala macroscópica, lo que los hace muy importantes en la industria de la electrónica para fabricar componentes cada vez más pequeños y ahorrar en material [10].

#### 4.8. Nanomateriales

Desde el punto de vista de la nano escala, los nanomateriales son materiales que contienen partículas con una o más dimensiones, en otras palabras,  $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$ . Gracias a que es posible cambiar sus propiedades a partir de la modificación de parámetros de síntesis, se pueden utilizar en la ingeniería, la medicina, la electrónica, la biología. Los nanomateriales

se dividen de acuerdo a su tamaño, existen entre 0-D, 1-D, 2-D, 3-D, que se muestran a continuación en la Figura 11 [43, 44, 6].

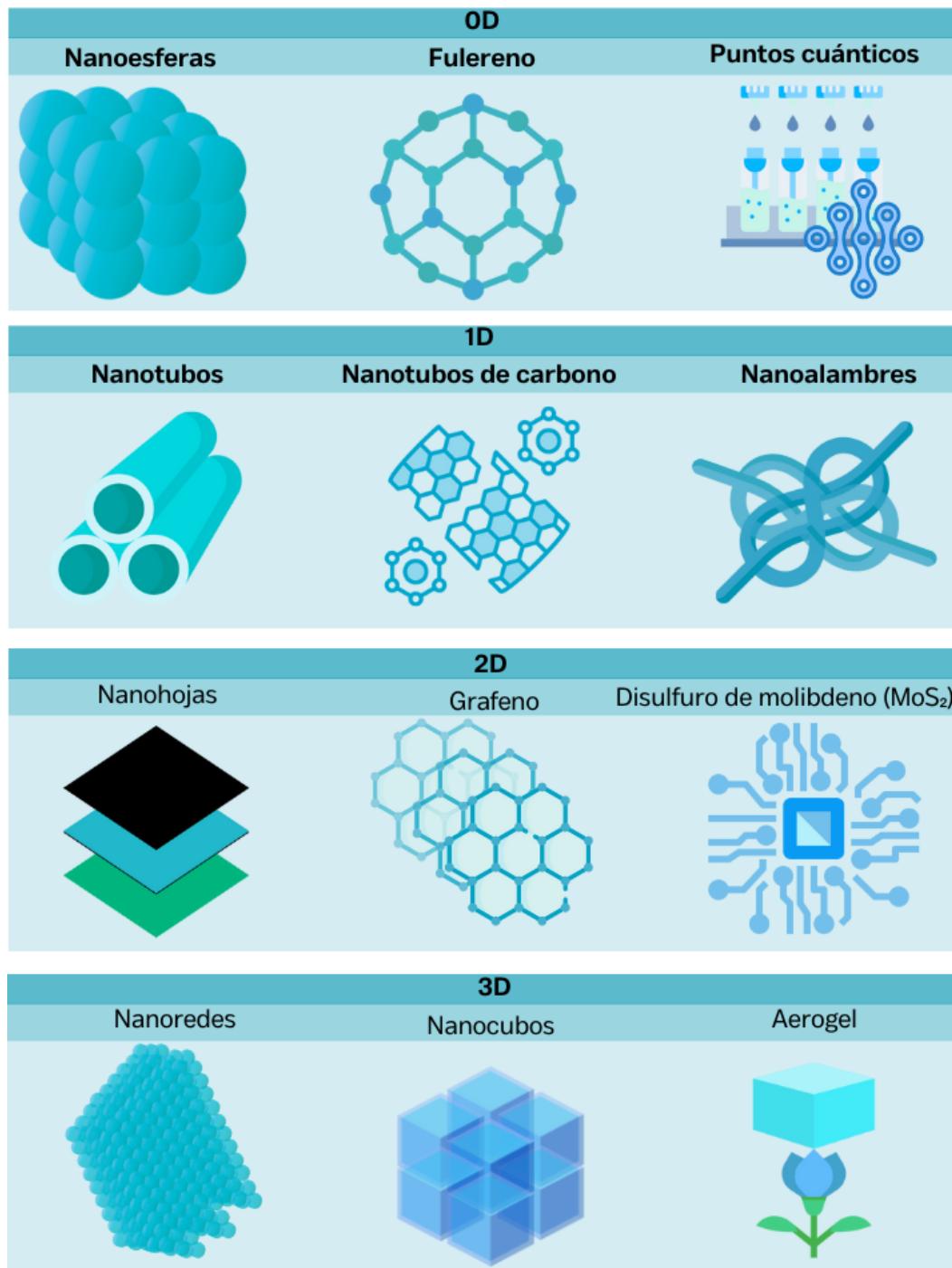


Figura 11: Clasificación de nanomateriales, imagen obtenida de [6].

#### 4.8.1. Nanomateriales a base de carbono (CNT)

Los nanomateriales a base de carbono que forman parte de la Figura 11, como los fulerenos, nanotubos de carbono (CNT), grafeno y óxido de grafeno, este último es de interés para esta investigación. Están compuestos por láminas de grafito enrolladas en forma de tubos, lo que les confiere propiedades únicas y diversas aplicaciones en diversos campos.

Sin embargo, también hay desafíos asociados con los nanotubos de carbono, como la dificultad de producción a gran escala, la dispersión y alineación controlada, la eliminación de impurezas y la gestión de riesgos para la salud y el medio ambiente debido a su forma y tamaño nanoestructurado. Estos aspectos deben ser considerados y abordados para aprovechar plenamente el potencial de los nanotubos de carbono en diversas aplicaciones [45, 7].

#### 4.8.2. Nanomateriales semiconductores

Los nanomateriales se pueden clasificar no solo por su tamaño, sino también debido a sus propiedades como conductores, aislantes y semiconductores (Figura 12), estos últimos exhiben un cambio en el tamaño de banda de energía debido a su tamaño de reducido lo que permite que al ser sus electrones excitados puedan actuar como conductores o como aislantes. Esto significa que sus propiedades ópticas y electrónicas pueden ser ajustadas mediante el control del tamaño de partícula. Esta flexibilidad permite el diseño de materiales con propiedades específicas para diversas aplicaciones.

Los nanomateriales semiconductores encuentran aplicaciones en una amplia gama de campos, como la electrónica, la optoelectrónica, la energía fotovoltaica, la catálisis, la medicina y la ciencia de los materiales. Sin embargo, también existen desafíos asociados con la síntesis, estabilidad y toxicidad de los nanomateriales semiconductores, lo que requiere una consideración cuidadosa de su fabricación y manipulación.

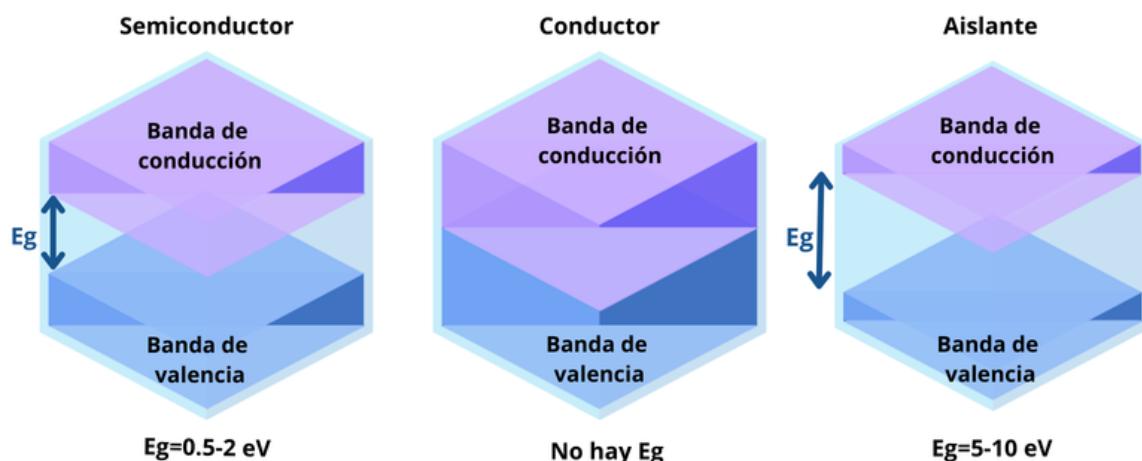


Figura 12: Banda ancha de los nanomateriales.

## 4.9. Materiales fotocatalizadores convencionales

La fotocatalisis es una tecnología prometedora como uno de los métodos de oxidación avanzada. Para poner en práctica este procedimiento de degradación de contaminantes es indispensable un catalizador, pero que pasa si combinamos un semiconductor con GO. En esta investigación utilizaremos el dióxido de estaño ( $\text{SnO}_2$ ) y el óxido de zinc ( $\text{ZnO}$ ) para decorar el óxido de grafeno (GO).

El  $\text{SnO}_2$  y el  $\text{ZnO}$  son semiconductores que presentan una banda ancha de 3.6, 3.37 eV respectivamente. Esto es de suma importancia, ya que una banda prohibida pequeña nos permite absorber luz en la región visible, ampliando su eficiencia bajo luz solar. El efecto que produce es excitar electrones con luz UV desde la banda de valencia a la banda de conducción, dejando huecos en la banda de valencia, que van a producir una reacción redox ante el colorante.

La reacción redox se efectúa por parte de los electrones en la banda de conducción, al generar radicales superóxidos. La banda de valencia forma huecos y reacciones de oxidación, como la formación de radicales hidroxilo.

### 4.9.1. Óxido de grafeno

El óxido de grafeno o GO (Figura 13), es un material alotrópico (tiene varias formas) que comparte la estructura del grafeno junto con grupos funcionales de oxígeno. Las aplica-

ciones dependen del grado de oxidación del grafeno. El GO es un material con propiedades hidrofílicas (repele el agua y puede formar coloides acuosos estables), cuenta con un área superficial amplia, es ideal para combinar con polímeros y otros materiales como el ZnO y el SnO<sub>2</sub> en este caso. Las aplicaciones que tiene el GO en la industria normalmente se utilizan en plásticos, recubrimientos anticorrosivos, recubrimientos antimicrobianos, reforzamiento de construcción y para empaques [18, 46].

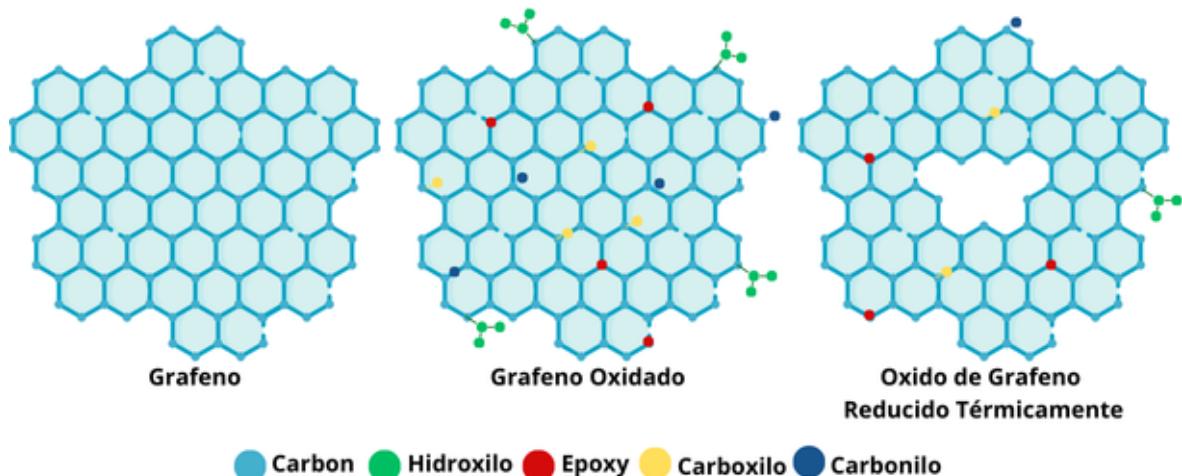


Figura 13: a) Estructuras de grafeno, GO y TrGO; b) obtención de TrGO a partir de grafeno [7].

#### 4.9.2. Dióxido de Estaño

El SnO<sub>2</sub> tiene estructura de rutilo y cristaliza en el grupo espacial tetragonal P4<sub>2</sub>/mnm. El Sn está unido a seis átomos equivalentes de O<sup>2-</sup> para formar una mezcla de octaedros de SnO<sub>6</sub> que comparten esquinas y bordes. Los ángulos de inclinación octaédricos que comparten esquinas son 51°. Hay dos longitudes de enlace Sn-O más cortas (2,06 Å) y cuatro más largas (2,07 Å). El O<sup>2-</sup> está unido en una geometría plana trigonal a tres átomos de Sn equivalentes.

El dióxido de estaño (SnO<sub>2</sub>) es un material semiconductor tipo n con una estructura cristalina tetragonal centrada en las caras, conocida como estructura de rutilo (Figura 14) y es la más común y estable para el SnO<sub>2</sub> a condiciones de temperatura ambiente. Es un sólido cristalino, con importantes características ópticas, electrónicas y químicas, que le permiten reaccionar con ácidos para la elaboración de otros compuestos de estaño, acabados de contactos eléctricos, el estañado de utensilios de cocina; es un material útil

para la elaboración de sensores de gas, varistores, catalizadores, dispositivos optoeléctricos, fotocatalizadores. La energía es un importante elemento para la elaboración de paneles fotovoltaicos, los cuales se utilizan para producir electricidad a partir de la luz solar.

El  $\text{SnO}_2$  tiene características como ser transparente a la luz visible, un material tipo n que cuenta con una alta conductividad eléctrica cuando se dopa con impurezas donadoras, estabilidad química y baja toxicidad que lo convierten en un material de interés en la investigación y desarrollo de nuevos dispositivos y tecnologías[[17](#), [15](#), [18](#), [19](#), [20](#), [21](#), [22](#), [23](#)].

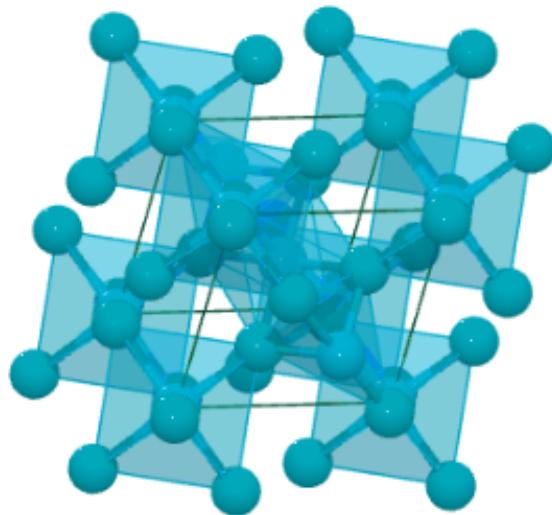


Figura 14: Estructura cristalino de rutilo en el  $\text{SnO}_2$ .

#### 4.9.3. Óxido de Zinc

El óxido de zinc ( $\text{ZnO}$ ) es un material semiconductor, cuenta con una alta conductividad eléctrica, una alta transmisión óptica en el visible, una alta reflectancia en el infrarrojo, cuenta con una buena estabilidad térmica y química, su estructura cristalina es Wurtzita (Figura 15). El  $\text{ZnO}$  tiene aplicaciones en la optoeléctrica para la fabricación de láseres en la longitud de onda ultravioleta, es un material con la capacidad de mejorar la grabación y sustituir al LED, HD-DVD y Blue Ray. Otras aplicaciones importantes de este material es la fabricación de celdas solares, para los dispositivos piezoelectricos, en sustratos heteroepitaxias, la manufactura de pinturas, en los cosméticos y en productos farmacéuticos [[19](#), [27](#), [28](#), [29](#), [30](#), [31](#), [47](#), [48](#), [49](#), [50](#), [51](#), [33](#), [52](#), [53](#), [54](#), [55](#), [56](#)].

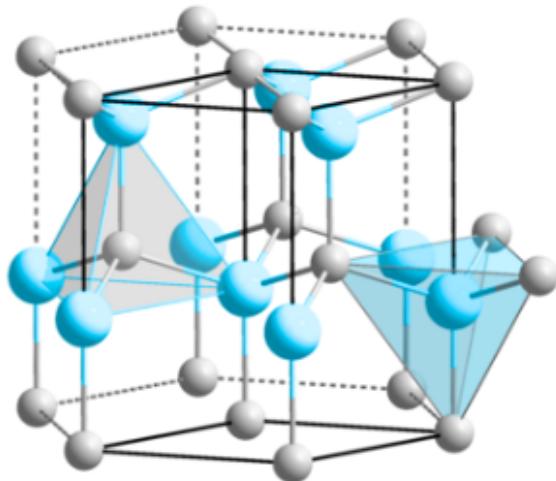


Figura 15: Estructura cristalino de rutilo en el ZnO.

## 4.10. Síntesis de nanomateriales

La síntesis de nanomateriales se refiere al proceso de fabricación y producción de materiales en una escala nanométrica, es decir, a nivel de nanómetros (1 nanómetro equivale a una milmillonésima parte de un metro). Hay dos enfoques principales utilizados en la síntesis de nanomateriales: el enfoque "Top-Down" (de arriba hacia abajo) y el enfoque "Bottom-Up" (de abajo hacia arriba) (Figura 16). Ambos enfoques tienen diferencias en términos de su enfoque y métodos de fabricación [57].

### 4.10.1. Top-Down

Desde el punto de vista de Top-Down, los nanomateriales se sintetizan reduciendo el tamaño de una estructura más grande hasta llegar a la escala nanométrica, desde lo general a lo específico. Implica la modificación y manipulación de materiales de mayor tamaño para obtener nanoestructuras. Algunos métodos comunes utilizados en el enfoque Top-Down incluyen la litografía, la molienda de alta energía y la ablación láser. Este enfoque permite un control preciso sobre la forma y tamaño de los nanomateriales, pero puede tener limitaciones en términos de la uniformidad y la escala de producción [57].

### 4.10.2. Bottom-up

En este enfoque, los nanomateriales se sintetizan a partir de componentes más pequeños, como átomos, moléculas o iones, que se ensamblan gradualmente para formar na-

noestructuras más grandes. Se utilizan reacciones químicas y métodos de autoensamblaje para construir los nanomateriales.

Ejemplos de métodos Bottom-Up incluyen la síntesis hidrotermal, la precipitación química, la deposición de vapor químico y la autocatálisis. Este enfoque permite una mayor flexibilidad en la composición y estructura de los nanomateriales, pero puede requerir condiciones de síntesis más controladas y puede ser más difícil de escalar a niveles de producción masiva [57].

Tanto el enfoque Top-Down como el Bottom-Up tienen sus propias ventajas y desafíos, y su elección depende de los requisitos específicos de la aplicación y las propiedades deseadas de los nanomateriales. Ambos enfoques juegan un papel importante en la síntesis y aplicación de nanomateriales en diversos campos, como la electrónica, la medicina, la energía y la ciencia de los materiales.

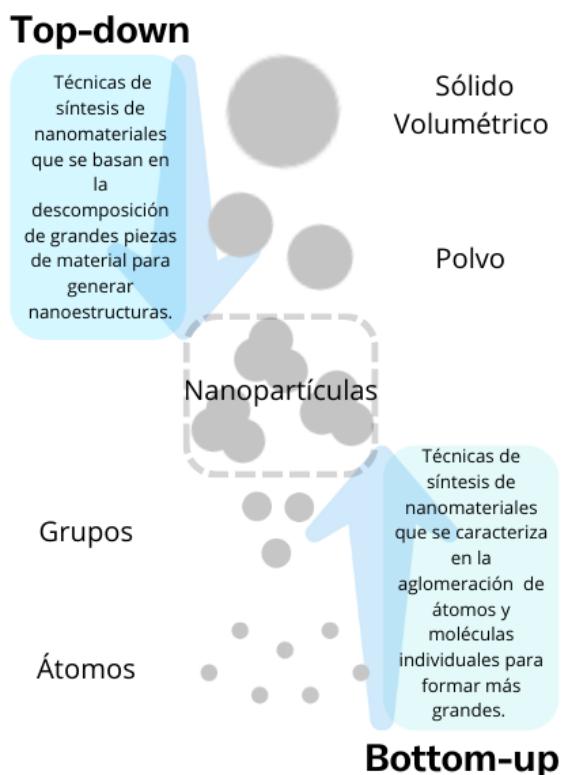


Figura 16: Métodos de síntesis[8].

#### 4.10.3. Método Hidrotermal

El método hidrotermal ha aportado a la investigación científica en campos como los materiales, metalurgia, física, química, biológica, electrónica, etc. En la parte de los materiales semiconductores se experimenta a partir de controlar la calidad ajustando la proporción de materiales de partida (precursor y reductor), el pH del sistema de reacción, tiempo y temperatura de reacción [17].

El método hidrotermal (Figura 17) consiste en el uso de una solución acuosa como sistema de reacción en un recipiente de reacción cerrado especial para crear un ambiente de reacción a una alta presión y temperatura, calentando el sistema de reacción y presurizándolo. El proceso disuelve y recristaliza sustancias poco solubles o insolubles bajo condiciones normales [17].

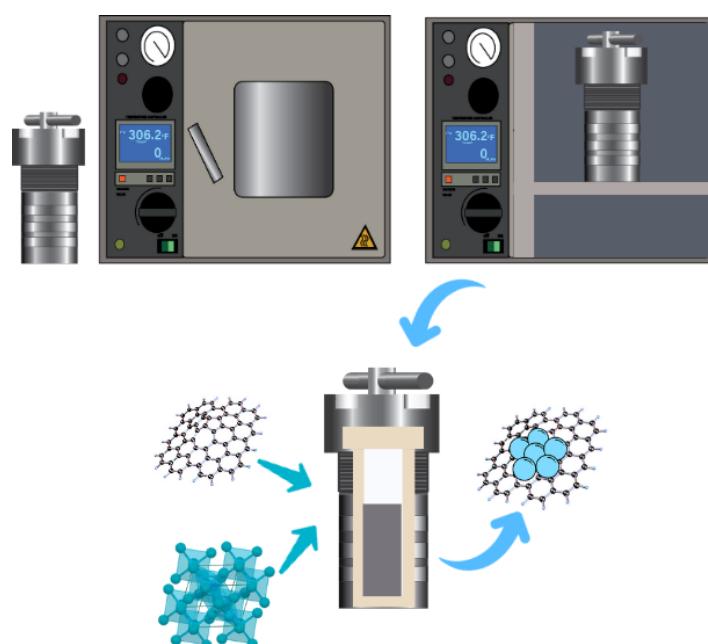


Figura 17: Proceso de la síntesis hidrotermal.

#### 4.10.4. Método de Hummer

El método de Hummers es un proceso químico, seguro, rápido y eficiente que se utiliza para sintetizar el óxido de grafeno mediante la adición de permanganato de potasio a una solución de grafito, nitrato de sodio y ácido sulfúrico. Es comúnmente utilizado por ingenieros y técnicos de laboratorio como un método confiable para producir cantidades de

óxido de grafeno. Existen otros métodos para la obtención de GO por ejemplo, el método de Staudenmeier-Hoffman-Hamdi, pero este tiene la desventaja de ser más peligroso por la implementación del clorato de potasio.[\[10\]](#)

## 4.11. Técnicas de caracterización

La espectroscopia tiene como objetivo estudiar las características de la materia, ya sea cualitativa o cuantitativa; se originó como el estudio de la interacción entre radiación y materia en función de la longitud de onda. En los últimos años, los materiales formados por carbono han tenido un gran impacto en la medicina, electrónica, energía y en el área de nanomateriales.

Debido a las propiedades del SnO<sub>2</sub>, ZnO y el óxido de grafeno, por ser potenciales materiales para efectuar la fotocatálisis, debido a sus características oxidantes, se utilizan técnicas de caracterización para identificar sus propiedades y explicar a partir de equipos especializados el comportamiento, fiabilidad, absorbancia y posibles aplicaciones.

Las técnicas que utilizaremos para describir nuestros catalizadores son: la microscopía electrónica de barrido (SEM), la espectroscopía de RAMAN, espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), espectroscopía ultravioleta-visible (UV-VIS), espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS) y la difracción de rayos X (DRX) [\[21\]](#).

### 4.11.1. Difracción de Rayos X (XRD)

La difracción de rayos X (XRD) es la técnica de caracterización más potente para estudiar la estructura de cristales. Por ser los fotones partículas de masa en reposo y libres de carga, cuando estos se dispersan como un haz de rayos X, interactúan con la materia de manera no violenta, por lo tanto, la muestra no requiere un tratamiento o cubrimiento especial para ser caracterizada como se ilustra en la Figura 18 [\[23\]](#).

El resultado es un patrón de puntos en una placa o detector, donde cada punto representa la intensidad de los rayos X difractados en un ángulo específico, como una huella dactilar que posee cada elemento y con la que se puede identificar si se sintetizó el material puro o con defectos.

Este ángulo específico se le conoce como los ángulos de Bragg, los cuales están relacionados con la distancia entre los planos atómicos en el cristal y la longitud de onda de los rayos X utilizados en el experimento mediante la Ley de Bragg de la ecuación 1 y 2 [\[58\]](#).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2)$$

$\lambda$  longitud de onda  
 $n$  número entero (1, 2, 3)  
 $d$  espaciamiento de los planos

Ahora bien, a partir de la ecuación de Scherrer, es una fórmula ampliamente utilizada en la difracción de rayos X para estimar el tamaño de cristalito (tamaño de partícula) en un material a partir de los datos del patrón de difracción. La ecuación de Scherrer se utiliza para determinar el tamaño promedio de los cristalitos en un material cristalino y se expresa de acuerdo a la ecuación 3 [59].

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3)$$

$D \geq 200\text{ nm}$  = tamaño promedio de cristal (nm)

$K$  Constante de Scherrer. 0,68 para 2,08, 0,94 cristalitos esfericos con simetria cubica.

$\lambda$  Es la longitud de onda de los rayos X.

$\beta$  Es la linea que se ensancha en FWHM (rad)

*Es el angulo de Bragg en grados*

*y trazamos valores de  $2\theta$ .*

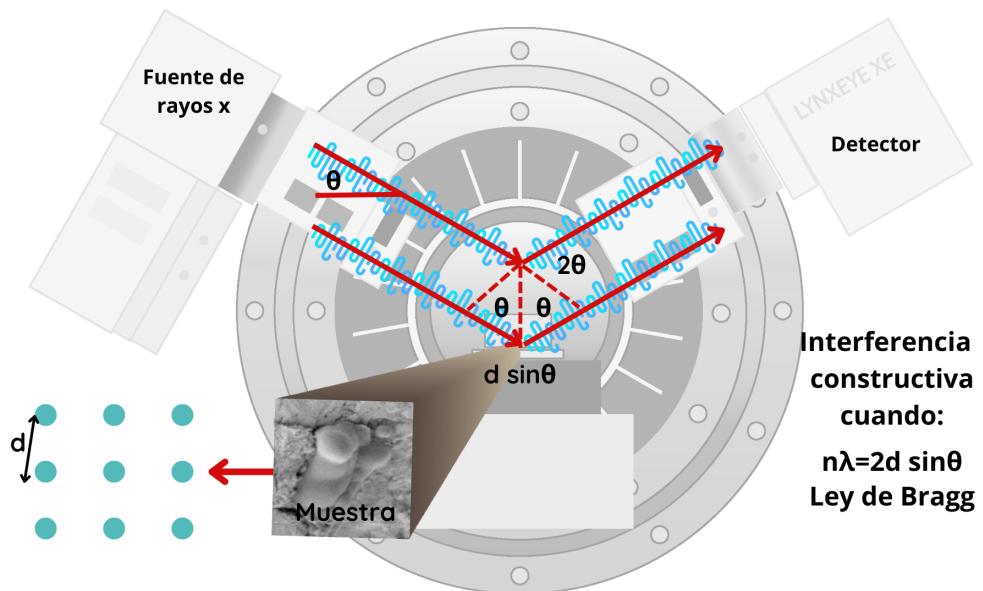


Figura 18: Difractómetro de rayos X Bruker D8 Advance LinxEye. Fuente de rayos X: Tubo de descarga con ánodo de cobre ( $K_1 = 0.1540 \text{ \AA}$ ). Detector: unidimensional (LinxEye fast speed) con área activa de  $14 \text{ mm} \times 16 \text{ mm}$  y eficiencia 0.98.

#### 4.11.2. Espectroscopia ultravioleta-visible (UV-VIS)

UV-Vis, abreviatura de Espectroscopia Ultravioleta-Visible, es una técnica utilizada para analizar la interacción de la luz ultravioleta (UV) y visible (Vis) con la materia. Es una técnica analítica ampliamente utilizada en diversos campos, incluyendo química, bioquímica, física y ciencia de materiales.

La espectroscopia UV-Vis mide la absorción de luz en las regiones UV y visible del espectro electromagnético. Cuando una muestra se expone a luz UV o visible, las moléculas en la muestra absorben fotones de energías específicas correspondientes a transiciones electrónicas dentro de las moléculas. La luz absorbida hace que los electrones en las moléculas se muevan desde su estado fundamental a un estado excitado.

El instrumento utilizado en la espectroscopia UV-Vis consta de una fuente de luz UV-Vis, un monocromador, un porta-muestras y un detector. La fuente de luz emite un espectro amplio de luz UV y visible, que luego se pasa a través del monocromador. El monocromador selecciona una longitud de onda específica o un rango de longitudes de onda para irradiar la muestra. Posteriormente, se detecta la luz transmitida o absorbida por la muestra mediante un detector, como en la Figura 19 [10].

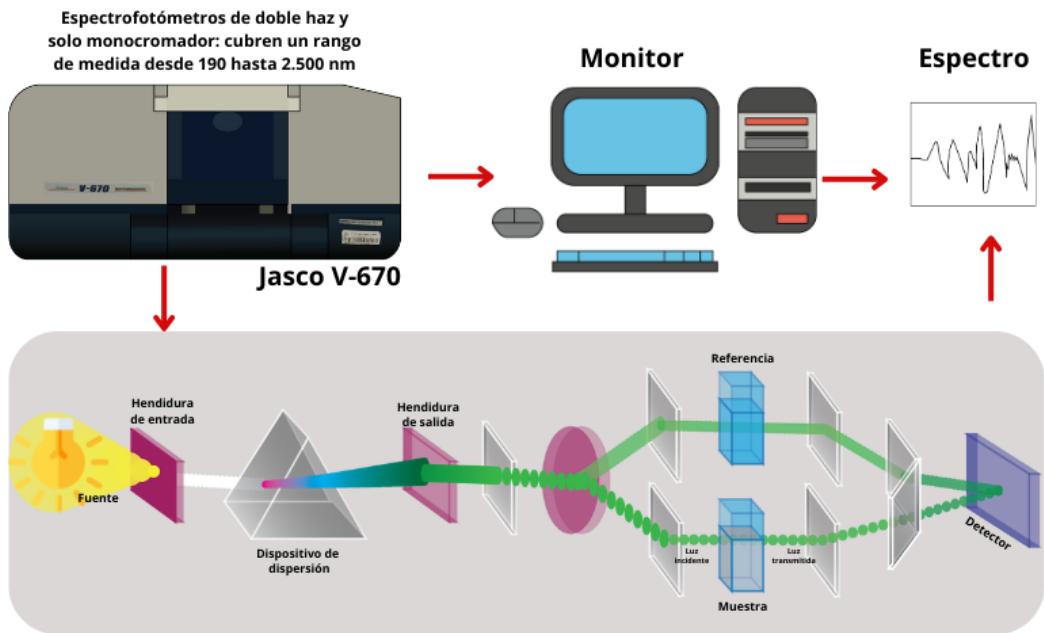


Figura 19: UV-Vis, Proceso del espectroscopio UV-vis de la marca JASCO modelo V-670 que se encuentra en las instalaciones de la SEES, CINVESTAV.

El UV-vis, Jasco V-670, el espectrofotómetro de doble haz V-670 (Figura 19) utiliza un diseño exclusivo de monocromador único que cubre un rango de longitud de onda de 190 a 2700 nm (opción de 3200 nm). El monocromador presenta rejillas duales (intercambiables automáticamente): 1200 ranuras/mm para la región UV/VIS; 300 ranuras/mm para la región NIR. Se proporciona un detector PMT para la región UV/VIS y se emplea un detector PbS enfriado por Peltier para la región NIR. Tanto las rejillas como el detector se intercambian automáticamente dentro del rango seleccionable por el usuario de 800 a 900 nm.

Es importante destacar que la espectroscopia UV-Vis proporciona información sobre la absorción de luz por parte de las moléculas presentes en la muestra, lo que puede utilizarse para determinar la concentración de sustancias y determinar el bandgap del SnO<sub>2</sub> y ZnO a partir de la ecuación 4 de Tauc Ploc.

$$(\alpha h\nu)^y = A(h\nu - E_g) \quad (4)$$

$\alpha$	coeficiente de absorción
$h$	constante de Planck
$v$	la frecuencia del fotón incidente
$A$	es una constante de proporcionalidad (esta determinada por el indice de refraccion, vale 1 en materiales amorfos)
$E_g$	energía de banda prohibida
$y$	naturaleza de transicion electronica

$y = 2$  es una transicion directa permitida  
 $y = 1/2$  es una transicion indirecta permitida  
 $y = 2/3$  es una transicion prohibida directa  
 $y = 1/3$  es una transicion indirecta prohibida

El término importante es el exponente  $y$  de la ecuación 4, que denota la naturaleza de la transición electrónica. Típicamente, las transiciones permitidas dominan los procesos básicos de absorción, dando lugar a transiciones directas o indirectas.

Para representar gráficamente  $(\alpha h v)^y$  versus  $(h v)$  se debe probar el valor de transición permitido de  $y=2$  o  $y=1/2$  para comparar cuál nos proporciona el mejor ajuste de la recta tangente a la curva de los espectros en UV-vis, por lo tanto, identifica el tipo de transición correcto.

Para determinar la energía incidente se recurre a la ecuación 5, la cual explica la relación entre la energía absorbida por la celda del UV-vis y la energía total que incide sobre ella.

El coeficiente de absorción  $\alpha$  de la Ecuación 11, determina la longitud que puede atravesar la luz a través de un material antes de ser absorbida. Este valor depende del tipo de luz y del material.

$$E = hv : \text{Energía incidente} \quad (5)$$

$$E = hv = \frac{hc}{\lambda} = \frac{6,625 \times 10^{-34}(Js) \times 2,998 \times 10^8(m/s)}{\lambda(m)} \quad (6)$$

$$E = \frac{1,986 \times 10^{-25} \times (eVm)}{\lambda(m) \times 1,602 \times 10^{-19}} = \frac{1,240 \times 10^{-6} \times (eVm)}{\lambda(m)} \quad (7)$$

$$E = \frac{1240 \times 10^{-9} \times (eVm)}{\lambda(m)} = \frac{1240 \times (eV10^{-9}m)}{\lambda(m)} \quad (8)$$

$$E = \frac{1240 \times (eVnm)}{\lambda(nm)} \quad (9)$$

$$E = \frac{1240}{\lambda} eV \quad (10)$$

$\alpha$  : Coeficiente de absorción

$$I = I_0 e^{-\alpha x} \quad (11)$$

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\alpha x} = e^{-\alpha l} \quad (12)$$

$$\log\left(\frac{I}{I_0}\right) = \log\left(e^{-\alpha l}\right) = -\alpha l \log(e) = -\alpha l \log(0,4343) \quad (13)$$

$$\log\left(\frac{I}{I_0}\right) = A = \alpha l \log(0,4343) \rightarrow \alpha = 2,302 \frac{A}{l} \quad (14)$$

$$\alpha = 2,302 A cm^{-1} \quad (15)$$

#### 4.11.3. Espectroscopía infrarroja por transformada de fourier (FTIR)

La Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), es una técnica de caracterización que se utiliza para estudiar la interacción de la radiación infrarroja con la materia. Permite analizar y caracterizar compuestos orgánicos e inorgánicos en muestras sólidas, líquidas o gaseosas, acciones realizadas por el equipo de la Figura 20 [60].

La espectroscopía FTIR se basa en el principio de que las moléculas absorben la radiación

infrarroja en determinadas frecuencias que corresponden a las vibraciones de los enlaces químicos presentes en la muestra. Al irradiar la muestra con luz infrarroja, se obtiene un espectro que muestra las intensidades de absorción en función de la frecuencia o el número de onda.

En la espectroscopia FTIR, se utiliza un interferómetro para generar un espectro interferométrico. Este espectro se somete a una transformada de Fourier para obtener el espectro infrarrojo final, que muestra las bandas de absorción correspondientes a las vibraciones moleculares.

El espectro FTIR proporciona información valiosa sobre la estructura química y la composición de la muestra. Cada banda de absorción en el espectro está asociada con un tipo específico de vibración molecular, como las vibraciones de estiramiento y flexión de los enlaces químicos. El análisis del espectro permite identificar los grupos funcionales presentes en la muestra, determinar la presencia de compuestos específicos y realizar análisis cuantitativos.

La espectroscopia FTIR se utiliza en una amplia gama de aplicaciones, incluyendo la química orgánica e inorgánica, la caracterización de materiales, el análisis de alimentos y medicamentos, el estudio de polímeros, el control de calidad y muchos otros campos de investigación y desarrollo [60].



Figura 20: El espectro FTIR para las nanopartículas de GO co-dopadas con los iones Dióxido de estaño, fue realizada en un espectrómetro Nicolet-6700-FT-IR. Esta medición fue realizada en el Cinvestav.

#### 4.11.4. Espectroscopía Raman

La Espectroscopía Raman es una técnica fotónica de alta resolución que proporciona en pocos segundos información química y estructural de materia orgánica e inorgánica, permitiendo así su estudio a detalle.

El análisis se realiza con la luz dispersada por un lente al incidir sobre él un haz de luz monocromático en vez de un haz de electrones. La luz es dispersada inelásticamente, experimentando ligeros cambios de frecuencia que son característicos del material analizado e independientes de la frecuencia de la luz incidente. Se trata de una técnica de análisis que no afecta la muestra, por lo que no es necesario protegerla con algún material. [21]

El equipo usado es un Jobin-Yvon T64000 de la Figura 21, con un láser verde de  $514\text{ cm}^{-1}$ , un HORIBA-HR800 con un láser en una longitud de onda de  $632.8\text{ cm}^{-1}$ , el cual se encuentra en las instalaciones del Cinvestav Zácatenco. Jobin Yvon T64000 Raman.

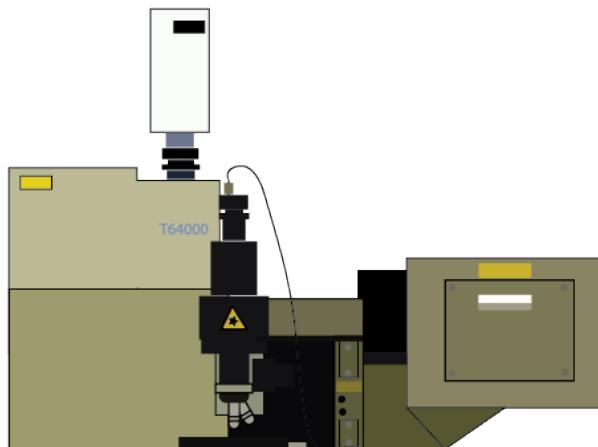


Figura 21: Raman, Jobin-Yvon T64000.

#### 4.11.5. Espectroscopia XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy)

La espectroscopia XPS es una técnica de análisis de superficie que se utiliza para estudiar la composición química de la capa más externa de un material. Esta técnica se basa en la emisión de fotoelectrones por parte de los átomos en una muestra cuando son bombardeados con rayos X de alta energía. Para este tipo de técnica se utilizan equipos como el de la

Figura 22.

Los fotoelectrones emitidos son energéticamente característicos de los átomos a partir de los cuales provienen, lo que permite determinar la composición química y la estructura electrónica de la superficie de un material. La XPS se utiliza en una variedad de campos, como la química de superficies, la ciencia de los materiales y la nanotecnología, para investigar la composición y la química de las superficies de muestras sólidas [61].



Figura 22: Espectrómetro de fotoelectrones emitidos por rayos X K-Alpha XPS.

#### 4.11.6. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

SEM (Scanning Electron Microscopy) es una técnica de caracterización de nanomateriales, funciona a partir de las señales resultantes de la interacción entre la materia y un haz de electrones, como se ilustra en la Figura 23. Es posible la detección, procesamiento y visualización de imágenes de muestras que serían imposibles de observar para el ojo humano. La información recabada de los microscopios electrónicos de barrido sirve para identificar la composición, topografía y estructura de la muestra analizada. Este tipo de herramienta permite el estudio de objetos sólidos, orgánicos e inorgánicos (flores, insectos, polen) [19]. El equipo que se utilizó fue el microscopio Zeiss-AURIGA en las instalaciones de LANE, CINVESTAV Zacatenco.

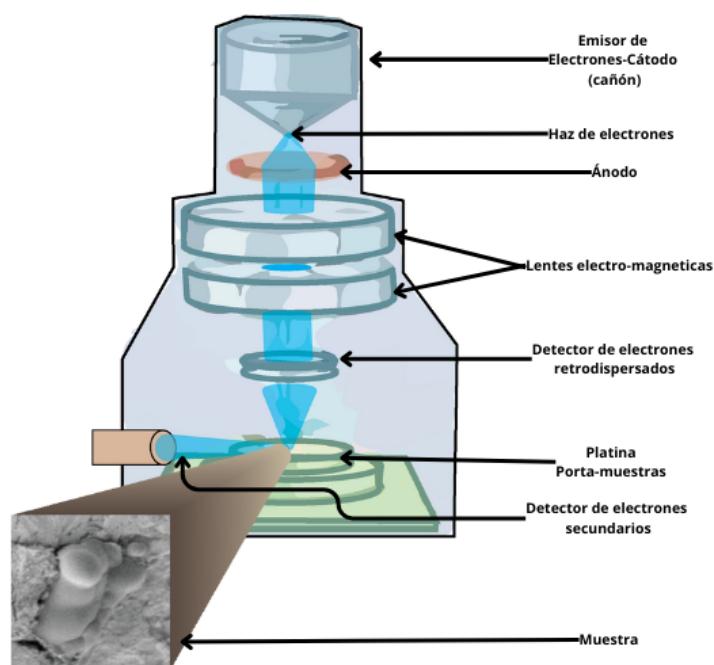
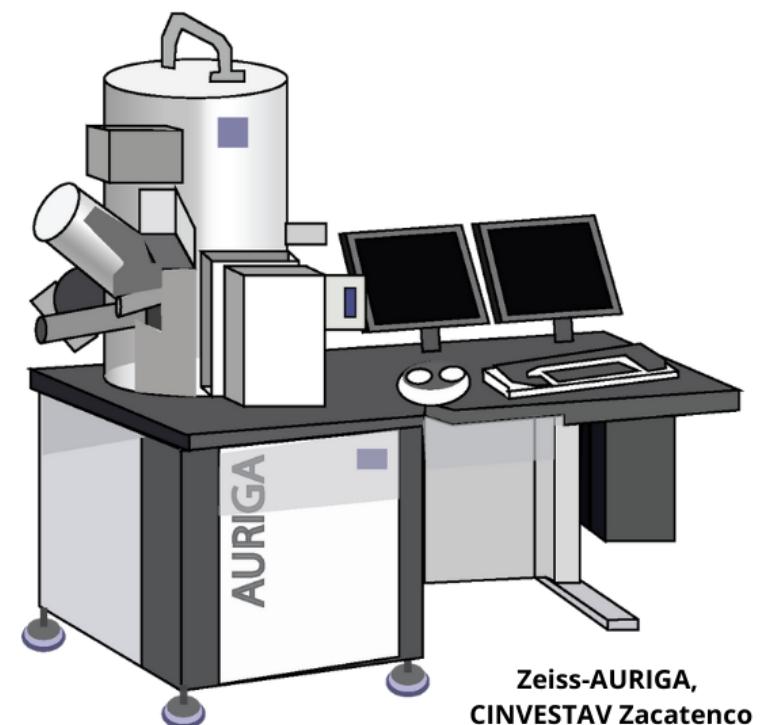


Figura 23: Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) con el equipo Zeiss-AURIGA, del cinvestav Zacatenco y como funciona internamente.

## 5. Desarrollo Experimental

En el desarrollo experimental del presente trabajo de investigación se eligió replicar la síntesis de Hummer para la obtención de GO y para la obtención de los semiconductores de  $\text{SnO}_2$  y  $\text{ZnO}$  se optó por usar la síntesis hidrotermal replicando metodologías experimentales [9].

La forma experimental consiste en cambiar una de las condiciones de síntesis para los semiconductores, en el caso de  $\text{SnO}_2$  se experimentó con el mejor tiempo de tamaño cristalino y variando el tiempo de reacción de 10, 20, 30 y 40 h. Para después hacer variaciones en la concentración de precursor para el decorado del GO de 0.1, 0.2, 0.4 y 1 M.

Para el  $\text{ZnO}$  se vario el pH de 9 a 11 a las mismas condiciones de tiempo y temperatura para la síntesis hidrotermal. Para después hacer variaciones en la concentración de precursor para el decorado del GO de 0.1, 0.2 y 0.4 M. Tomando en cuenta las características de los materiales empleados en las Tablas 1, 2 y 3.

Tabla 1: Características de los reactivos para la síntesis de GO.

Reactivo	Nombre	Función	Características
Grafito	Forma cristalina del carbono	Precursor	Estructura en capas
$\text{NaNO}_3$	Nitrato de sodio	Oxidante	Facilita la oxidación durante la síntesis
$\text{H}_2\text{SO}_4$	Ácido sulfúrico	Exfolia	Medio altamente ácido
$\text{KMnO}_4$	Permanganato de potasio	Oxidante	Genera grupos funcionales

Tabla 2: Características de los reactivos para la síntesis de  $\text{SnO}_2$ .

Reactivo	Nombre	Función	Características
$\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Cloruro de estaño tetravalente pentahidratado	Precursor	Alta pureza y soluble en agua
NaOH	Hidróxido de sodio	Reductor	Base fuerte

Tabla 3: Características de los reactivos para la síntesis de  $\text{ZnO}$ .

Reactivo	Nombre	Función	Características
$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Acetato de zinc dihidratado	Precursor	Soluble en agua y etanol
NaOH	Hidróxido de sodio	Reductor	Base fuerte

## 5.1. Síntesis de GO por el método de Hummer

El procedimiento para la síntesis del material se llevó a cabo siguiendo los pasos que se ilustran en la Figura 24 y 25. A continuación, se detalla cada etapa [62, 33, 52].

1. **Preparación de la solución inicial:** En un matraz Erlenmeyer de 500 ml, se añadió grafito (Grafito (C): 2.0065 g), nitrato de sodio ( $\text{NaNO}_3$ : 1.0039 g) y ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ : 46 ml de ácido concentrado) previamente enfriado a 0 °C.
2. **Oxidación del grafito:** Esta mezcla se mantuvo en un baño de hielo, con agitación vigorosa y lentamente se añadió permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ : 6.0765 g) teniendo cuidado que la temperatura no superara los 20 °C. Después de 5 minutos, la mezcla fue retirada del baño de hielo y agitada durante 1 h a  $35 \pm 3$  °C. La reacción simplificada es:



$$\text{Masa de grafito inicial} = 2,0065 \text{ g} \quad (16)$$

$$\text{Masa molar del grafito (C)} = 12 \text{ g/mol} \quad (17)$$

$$\text{Moles de grafito} = \frac{2,0065 \text{ g}}{12 \text{ g/mol}} = 0,1672 \text{ moles} \quad (18)$$

3. **Enfriamiento:** Se añadió lentamente agua desionizada (92 ml). Se mantuvo la agitación durante 15 minutos y a continuación se agregaron 140 ml de agua a ~60 °C, así como 5 ml de una solución de peróxido de hidrógeno al 30 %. El volumen total de la solución después de añadir los 92 ml de agua a las 46 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  es de 0.143 L.
4. **Agitación:** Los materiales obtenidos en medio acuoso se sometieron a 2 h de ultrasonido.
5. **Lavado:** En este punto se observaron dos productos, uno amarillo-café y otro negro. Los cuales fueron recuperados y lavados con agua tibia hasta alcanzar un pH cercano a 7.
6. **Precipitación:** Los productos se centrifugaron varias veces a 4000 rpm durante 30 minutos.
7. **Secado:** Finalmente, los materiales obtenidos en medio acuoso se sometieron a 2 h de ultrasonido para combinarlo con el  $\text{SnO}_2$  y el  $\text{ZnO}$ .

8. **Calcinación:** La muestra de GO se colocó en una mufla para ser calcinado a 190 °C por 20 h para mandarlo a analizar.

Usamos la cantidad de moles de grafito convertidos y el volumen total de la solución para calcular la molaridad:

$$\text{Molaridad (M)} = \frac{\text{moles de óxido de grafeno}}{\text{volumen de la solución en litros}} \quad (19)$$

$$= \frac{0,1672 \text{ moles}}{0,143 \text{ L}} \quad (20)$$

$$= 1,129 \text{ M} \text{ pero lo consideraremos como } 1\text{M} \quad (21)$$

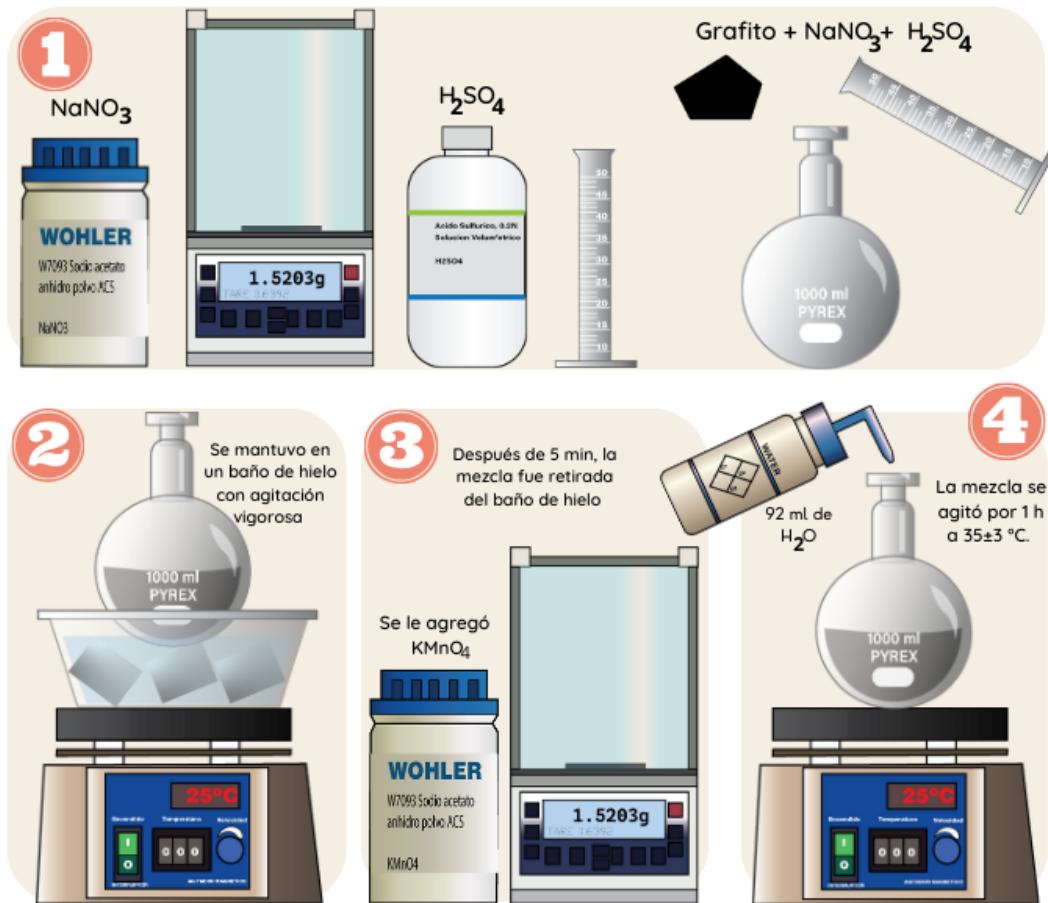


Figura 24: Síntesis de Hummer para obtener GO, explicación del paso 1 al paso 4.

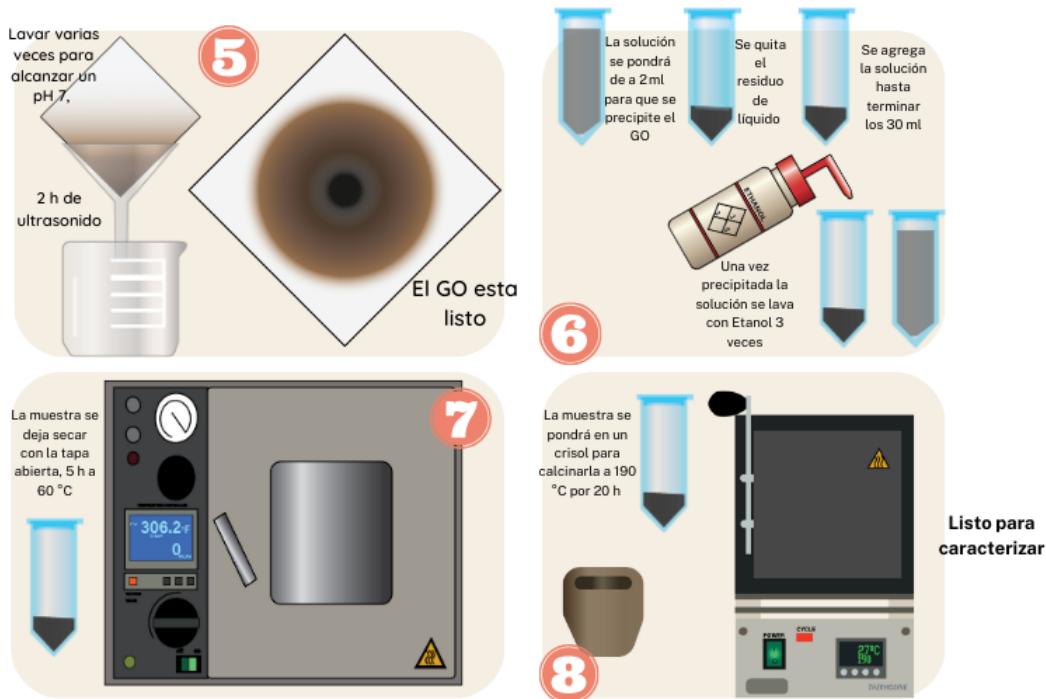


Figura 25: Síntesis de Hummer para obtener GO, explicación del paso 5 al paso 8.

## 5.2. Síntesis de $\text{SnO}_2$

El procedimiento para la síntesis del material se llevó a cabo siguiendo los pasos que se ilustran en la Figura 26 y 27. A continuación, se detalla cada etapa:

1. **Preparación de la solución inicial:** Para calcular la cantidad necesaria de  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  y NaOH para obtener 0.1 M de  $\text{SnO}_2$  en una síntesis solvotérmica, primero conocemos las estequiometrías de las reacciones químicas involucradas.

La reacción de síntesis de  $\text{SnO}_2$  a partir de  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  y NaOH es la siguiente:



Entonces, para obtener 0.1 M de  $\text{SnO}_2$ , se necesita:

$$n = \frac{0,1M}{0,08 L} = 0,008 \text{ moles} \quad (23)$$

$$PM_{SnO_2} = 150,71 \text{ g/mol} \quad (24)$$

$$m_{SnO_2} = 150,71 \text{ g/mol} * 0,008 = 1,2057 \text{ g de } SnO_2 \quad (25)$$

2. **Precursor:** Dado que la relación estequiométrica es 1:1, se necesita la misma cantidad de moles de  $SnCl_4 \cdot 5H_2O$  que de  $SnO_2$ :

Ahora, se calcula la cantidad de  $SnCl_4 \cdot 5H_2O$  en gramos:

$$n_{SnCl_4 \cdot 5H_2O} = 0,008 \text{ moles de } SnCl_4 \cdot 5H_2O \quad (26)$$

$$PM_{SnCl_4 \cdot 5H_2O} = 350,57 \text{ g/mol} \quad (27)$$

$$m_{SnCl_4 \cdot 5H_2O} = 0,008 \text{ moles} * 350,57 \text{ g/mol} \quad (28)$$

$$m_{SnCl_4 \cdot 5H_2O} = 2,805 \text{ gramos de } SnCl_4 \cdot 5H_2O \quad (29)$$

3. **Reductor:** Para la cantidad de NaOH necesaria, la relación estequiométrica es 2 moles de NaOH por 1 mol de  $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ . Por lo tanto, necesitas el doble de moles de NaOH que de  $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ :

$$n_{NaOH} = 2 * 0,008 \text{ moles} \approx 0,016 \text{ moles de NaOH.} \quad (30)$$

$$PM_{NaOH} = 40 \text{ g/mol} \quad (31)$$

$$m_{NaOH} = 0,016 \text{ moles} * 40 \text{ g/mol} \approx 0,64 \text{ gramos de NaOH} \quad (32)$$

Por lo tanto, para obtener 1.2057 gramos de  $SnO_2$  en la síntesis solvotérmica, necesitas aproximadamente 2.805 gramos de  $SnCl_4 \cdot 5H_2O$  y 0.64 gramos de NaOH en una mezcla de 40 ml de etanol y 40 ml de agua.

4. **Agitación:** Una vez hecha la solución, se debe de agitar en la parrilla magnética a una baja velocidad durante 24 h para colocar la solución en una autoclave para el tratamiento térmico.
5. **Tratamiento térmico:** De acuerdo a la autoclave que se utilice, en este caso se utilizó una autoclave de 50 ml, pero siempre se debe de llenar al 70 % de su capacidad máxima, se van a seguir los pasos anteriores pero con las condiciones de tiempo y temperatura de la Tabla 4, que nos marca la metodología de [9].

Tabla 4: Condiciones de las muestras de SnO<sub>2</sub>

Muestra	Grados Celsius	Tiempo en horas
A.SnO <sub>2</sub>	190	48
B.SnO <sub>2</sub>	190	24
C.SnO <sub>2</sub>	160	20
D.SnO <sub>2</sub>	100	20

6. **Precipitación:** Despues de las pruebas en el horno, lo siguiente es lavar las muestras tres veces con etanol y poner en la centrifugadora a 5000 rpm para precipitar nuestro nanomaterial.
7. **Secado:** Una vez lavados, se dejan secar con la tapa abierta en el horno a 65C, ya que el plástico se puede derretir a 80C.
8. **Calcinación:** Una vez secas, las muestras se dejan en crisoles dentro de una mufla a 190C por 20 h, para quitarles a los nanocristales impurezas o residuos de etanol y agua que se evaporan a 100C.



Figura 26: Descripción visual de la síntesis del óxido de estaño por el método solvotermal .

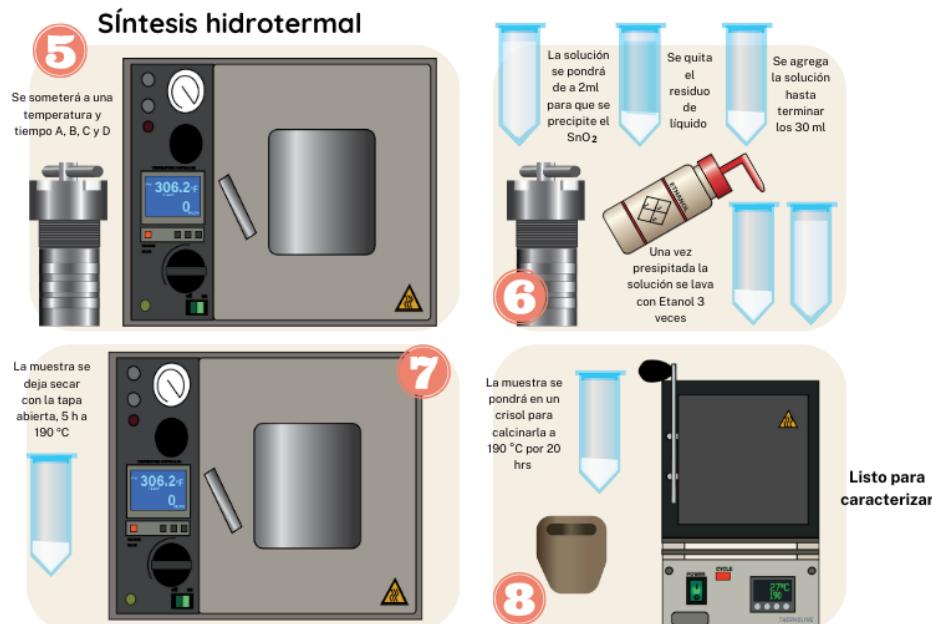


Figura 27: Descripción visual de la síntesis del óxido de estaño por el metodo hidrotermal.

### 5.2.1. Preparación de los sistemas de SnO<sub>2</sub>@GO

El procedimiento para el decorado del SnO<sub>2</sub> y GO se llevó a cabo siguiendo los pasos que se ilustran en la Figura 28. A continuación, se detalla cada etapa:

1. **Preparación de la solución inicial:** Se aplicó la síntesis hidrotermal en un solo recipiente para preparar nanopartículas de SnO<sub>2</sub>-rGO. En la solución inicial se agregó 2,804 g de SnCl<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O y 0.64 g de NaOH a 20 mL de agua desionizada como muestran los valores de la Tabla 5.
2. **Adición del GO a la solución de SnO<sub>2</sub>:** Como medio de reacción se dispersaron 20 mL de etanol y 40 mL de GO en agua.
3. **Preparar autoclave:** Luego, la mezcla se agitó durante 24 horas para obtener una solución homogénea. Se transfirió de la solución solo 30 mL a un autoclave de acero inoxidable con capacidad para 50 mL.
4. **Tratamiento térmico:** Las condiciones de temperatura y tiempo se eligieron al experimentar con el SnO<sub>2</sub>, que nos dio el tamaño de cristal más pequeño para 160 °C durante 30 h. Luego, el producto se centrifugó, se lavó 3 veces con etanol y agua deshidratada, y se secó a 70 °C durante 18 h para obtener nanopartículas de SnO<sub>2</sub>-rGO. Se estudió el cambio en la concentración del medio de reacción de agua desionizada y etanol con un cambio en la molaridad de 0,1, 0,125, 0,15 y 0,175 M como se observa en la Tabla 6.
5. **Quitar impurezas:** Las muestras se colocaron en un crisol cada una para someterlas por medio de una mufla a calcinación durante un tiempo de 20 h y una temperatura de 190°C.
6. **Lámpara UV-C:** Las muestras calcinadas se muelen con un mortero para pesar 0.1 g para hacer pruebas en oscuro y con lámpara UV-C con cada catalizador decorado con GO, para el GO, para el SnO<sub>2</sub> individual y para los colorantes individuales. Estas pruebas se analizarán cada 15 min hasta completar un tiempo de 180 min.
7. **Pruebas de absorbancia:** Una vez que se realizaron las pruebas en el UV-vis, se calculará el porcentaje de degradación, para comparar los catalizadores puros de los decorados y así se determinará si la hipótesis es correcta.

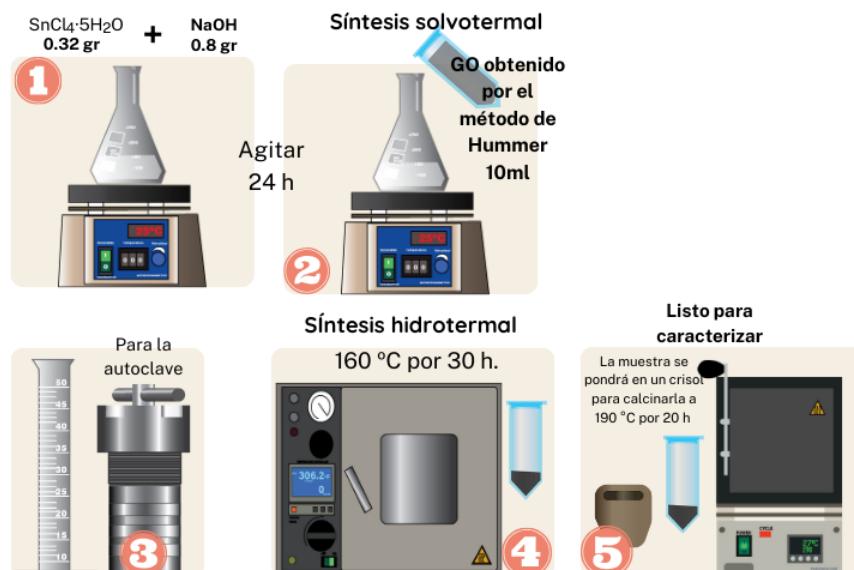
Tabla 5: Datos de NaOH y  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

	PM (g/mol)	m	V	Soluto
NaOH	40	0.08	1/2	Etanol
$\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	350.57	0.35	1/2	Agua desionizada

Tabla 6: Datos de las muestras de  $\text{SnO}_2$ .

Muestra PM ( $\text{SnO}_2$ g/mol)	M (mol) n	V (ml)	m (NaOH g)	m ( $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ g)	m ( $\text{SnO}_2$ g)
10 $\text{SnO}_2$	0.1	10	0.08	0.35	0.1507
5 $\text{SnO}_2$	0.2	5	0.08	0.35	0.1507
2.5 $\text{SnO}_2$	0.4	2.5	0.08	0.35	0.1507
1 $\text{SnO}_2$	1	1	0.08	0.35	0.1507

## Síntesis



## Fotocatálisis

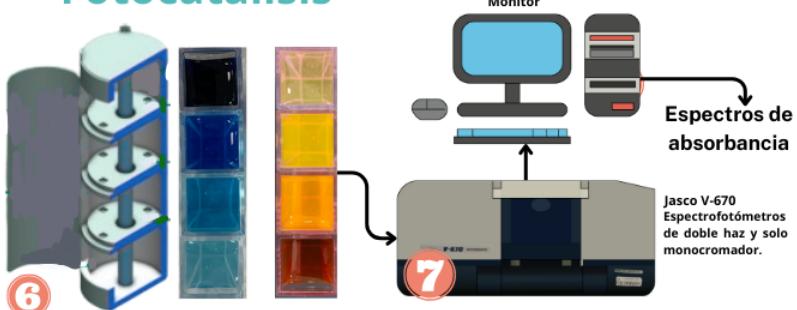
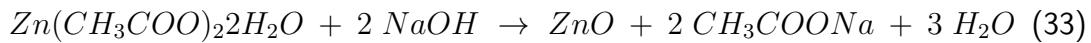


Figura 28: Descripción visual del decorado de dióxido de estaño y GO por el método hidrotermal.

### 5.3. Síntesis de ZnO

El procedimiento para la síntesis del ZnO se llevó a cabo siguiendo los pasos que se ilustran en la Figura 29 y 30. A continuación, se detalla cada etapa:

- Preparación de la solución inicial:** Para calcular la cantidad necesaria de  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  y NaOH para obtener una molaridad de 0.1 M de ZnO en una síntesis solvotérmica, primero es importante conocer las estequiometrías de las reacciones químicas involucradas. La reacción de síntesis de ZnO para un precursor de  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  y NaOH es la siguiente:



Para determinar una aproximación del producto con una molaridad del 0.1 M de ZnO, es necesario:

$$n = \frac{0,1M}{0,08 \text{ L}} = 0,008 \text{ moles} \quad (34)$$

$$PM_{ZnO} = 81,38 \text{ g/mol} \quad (35)$$

$$m_{ZnO} = 81,38 \text{ g/mol} * 0,008 = 0,65104 \text{ g de ZnO} \quad (36)$$

Dado que la relación estequiométrica es 1:1, se necesita la misma cantidad de moles de  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  que de ZnO :

Ahora, la cantidad de  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  en gramos:

$$n_{Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O} = 0,008 \text{ moles de } Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O \quad (37)$$

$$PM_{Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O} = 219,51 \text{ g/mol} \quad (38)$$

$$m_{Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O} = 0,008 \text{ moles} * 219,51 \text{ g/mol} \quad (39)$$

$$m_{Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O} = 1,75608 \text{ g de } Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O \quad (40)$$

- Agitación magnética:** El precursor se va a agregar a 40 ml de agua desionizada y 40 ml de etanol para su agitación en una parrilla magnética durante 15 min.
- Variar el pH:** Para la variación del pH se añadirá cuidadosamente gota a gota NaOH como se observa en la Tabla 7, ya que puede hacer un salto abrupto.

Tabla 7: Condiciones de síntesis para las muestras en función del pH.

Muestra	Tiempo (h)	Temperatura (°C)	$\mu\text{L}$
13pH	4.5	120	460
12pH	4.5	120	420
11pH	4.5	120	360
10pH	4.5	120	240
9pH	4.5	120	200

Pero para preparación general de NaOH la relación estequiométrica es 2 moles de NaOH por 1 mol de  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ . Por lo tanto, se necesita de:

$$n_{NaOH} = 2 * 0,008 \text{ moles} \approx 0,016 \text{ moles de NaOH}. \quad (41)$$

$$PM_{NaOH} = 40 \text{ g/mol} \quad (42)$$

$$m_{NaOH} = 0,016 \text{ moles} * 40 \text{ g/mol} \approx 0,64 \text{ gramos de NaOH} \quad (43)$$

4. **Reactivos:** Por lo tanto, para obtener 0.65104 g de ZnO en la síntesis solvotérmica, es necesario aproximadamente 1.75608 g de  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  y 0.64 gramos de NaOH en una mezcla de 40 ml de etanol y 40 ml de agua.



Figura 29: Descripción visual de los pasos 1 al 4 de la preparación por la síntesis hidrotermal del ZnO.

5. **Síntesis hidrotermal:** De acuerdo a la autoclave que se utilice, en este caso se utilizó una autoclave de 50 ml, pero siempre se debe de llenar al 70 % de su capacidad máxima, las condiciones de tiempo y temperatura son de 4.5 h por 120 C.
6. **Lavado:** Después de las pruebas en el horno, lo siguiente es lavar las muestras tres veces con etanol y poner en la centrifugadora a 5000 rpm para precipitar nuestro nanomaterial.
7. **Secado:** Una vez lavados, se dejan secar con la tapa abierta en el horno a 65C, ya que el plástico se puede derretir a 80C.

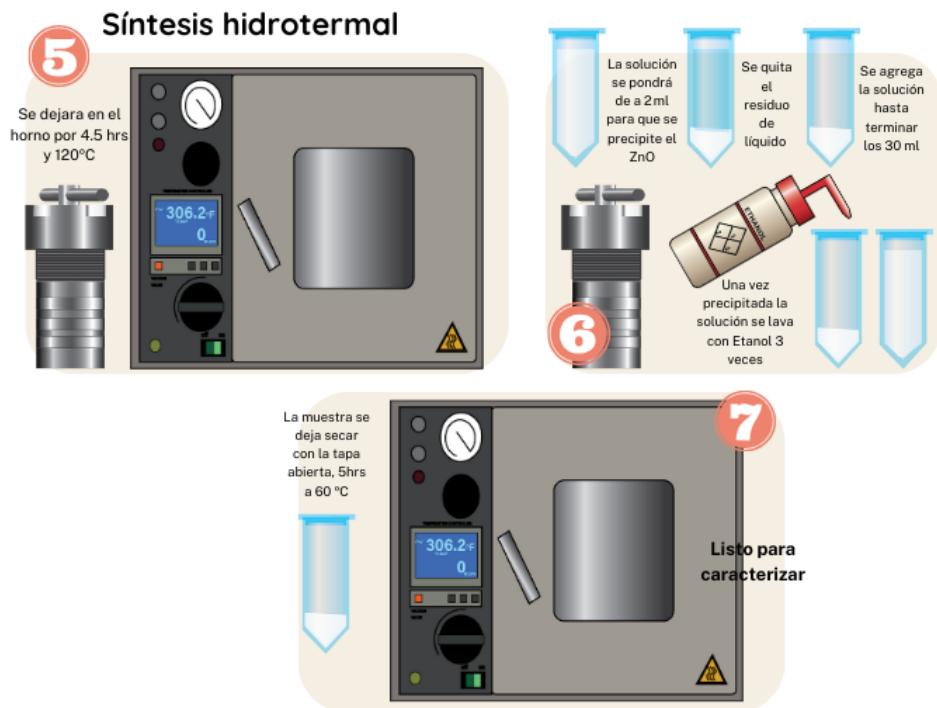


Figura 30: Descripción visual de los pasos 5 al 7 de la preparación por la síntesis hidrotermal del ZnO.

### 5.3.1. Preparación de los sistemas de ZnO@GO

El procedimiento para el decorado del ZnO y GO se llevó a cabo siguiendo los pasos que se ilustran en la Figura 31. A continuación, se detalla cada etapa:

1. **Preparación de la solución inicial:** Para llevar a cabo la síntesis hidrotermal de ZnO y óxido de grafeno (GO), primero se debe preparar una solución con las sustancias

necesarias. Para obtener una molaridad final de 0.1 M de ZnO, se disuelven 1.756 gramos de Zn ( $\text{CHCOO}\cdot\text{2H}_2\text{O}$ ) en agua desionizada, como se observa en la Tabla 8.

2. **Adición del GO a la solución de  $\text{SnO}_2$ :** Como medio de reacción se dispersaron 20 mL de etanol y 40 mL de GO en agua.
3. **Preparar autoclave:** Luego, la mezcla se agitó durante 10 min para obtener una solución homogénea. Se transfirió de la solución solo 30 mL a un autoclave de acero inoxidable con capacidad para 50 mL.
4. **Tratamiento térmico:** Las condiciones de temperatura, ph y tiempo se eligieron al experimentar con el ZnO puro, que nos dio el tamaño de cristal más pequeño para 120 °C durante 4.5 h a un ph de 11. Luego, el producto se centrifugó, se lavó 3 veces con etanol y agua deshidratada, y se secó a 70 °C durante 18 h para obtener nanopartículas de ZnO-rGO. Se estudió el cambio en la masa del precursor para variar la molaridad de 0,1, 0,2 y 0,4 M como se observa en la Tabla 9.
5. **Lámpara UV-C:** Las muestras se muelen con un mortero para pesar 0.1 g para hacer pruebas en oscuro y con lámpara UV-C con cada catalizador decorado con GO, para el GO, para el ZnO individual y para los colorantes individuales de R6G y AM. Estas pruebas se analizarán cada 15 min hasta completar un tiempo de 180 min.
6. **Pruebas de absorbancia:** Una vez que se realizaron las pruebas en el UV-vis, se calculará el porcentaje de degradación, para comparar los catalizadores puros de los decorados y así se determinará si la hipótesis es correcta.

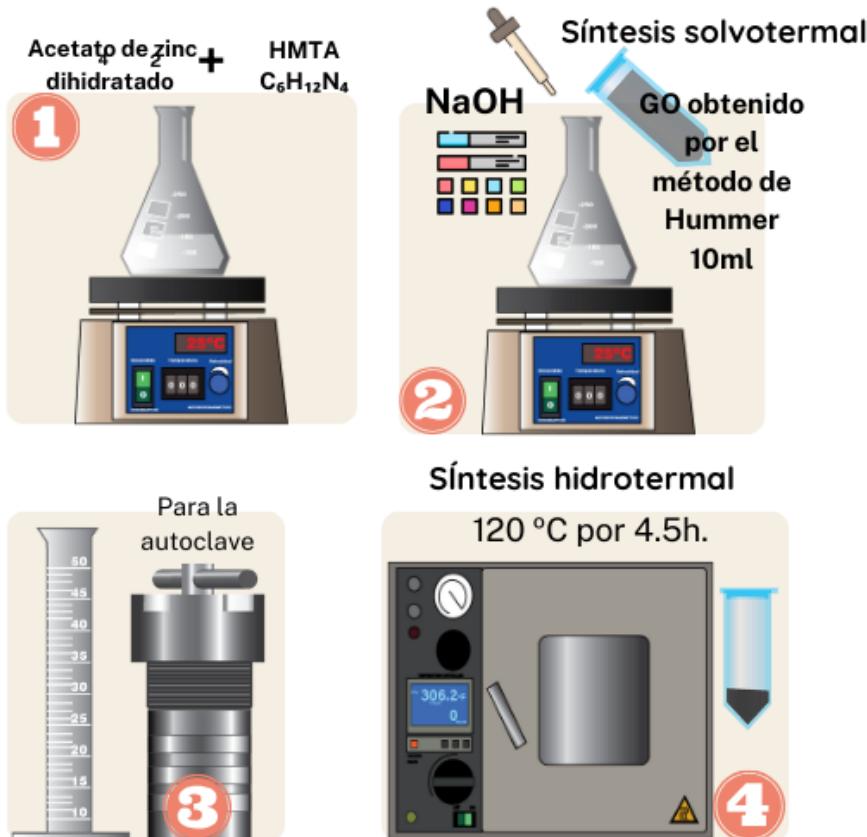
Tabla 8: Datos de NaOH y  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

	PM (g/mol)	m (g)	V (ml)	Soluto
NaOH	40	0.08	25	Agua desionizada
$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	219.51	0.65	25	Agua desionizada

Tabla 9: Muestras de ZnO con sus respectivos valores de mol, volumen (ml) y masa (g)

Muestra	M (mol)	V (ml)	m (g)
ZnO	0.0	50	0.0
2.5 %ZnO	0.1	50	0.274
5 %ZnO	0.2	50	0.548
10 %ZnO	0.4	50	1.097

## Síntesis



## Fotocatálisis

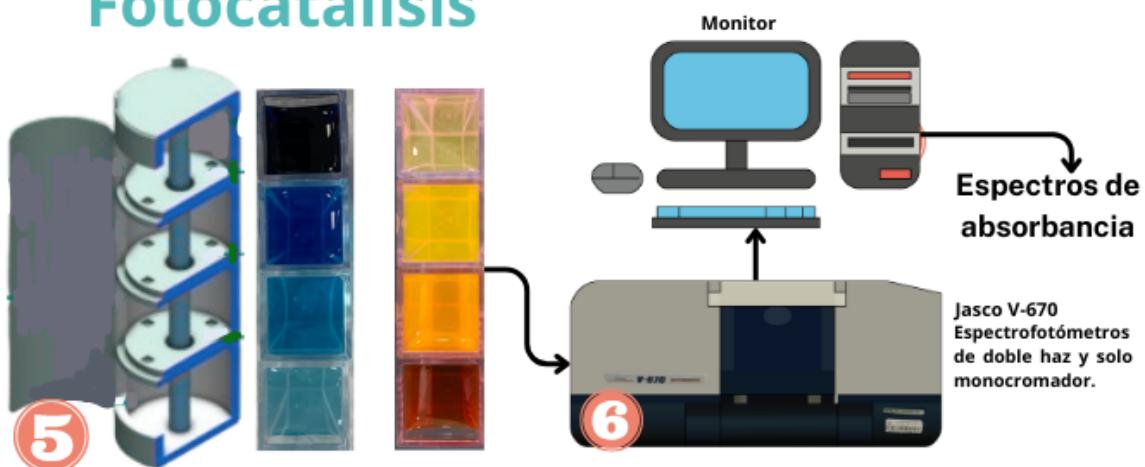


Figura 31: Descripción visual de los pasos 1 al 6 de la preparación por la síntesis hidrotermal del decorado del ZnO con GO.

## 6. Discusión y análisis de resultados

La caracterización de estos nanomateriales es fundamental para entender y optimizar sus propiedades estructurales, ópticas y electrónicas, las cuales son determinantes para su eficiencia fotocatalítica.

A través de técnicas como espectroscopía Raman, difracción de rayos X (XRD), espectroscopía XPS, microscopía electrónica (SEM/TEM), espectroscopía infrarroja por transformada de fourier (FTIR) y análisis UV-Vis, podemos describir aspectos clave como el tamaño de partícula, la morfología, la cristalinidad y la capacidad de absorción de luz.

Estos parámetros están intrínsecamente relacionados con la actividad fotocatalítica, ya que afectan directamente la generación de pares electrón-hueco y la formación de radicales hidroxilo, esenciales para la degradación de contaminantes.

En este contexto, las pruebas fotocatalíticas nos permiten evaluar el rendimiento de estos nanomateriales bajo condiciones específicas de iluminación, midiendo su capacidad para descomponer compuestos modelo como colorantes (rodamina 6G o azul de metileno). Este enfoque experimental es crucial para correlacionar las propiedades estructurales y electrónicas de los nanomateriales con su desempeño en aplicaciones prácticas de descontaminación ambiental.

Mediante esta caracterización integral, buscamos identificar las condiciones y modificaciones que maximicen la eficiencia fotocatalítica, contribuyendo así al desarrollo de tecnologías sostenibles para la protección del medio ambiente.

Las condiciones de

### 6.1. Discusión y análisis de resultados del GO

Una vez sintetizado y secado, el GO se llevará a pruebas de caracterización de DRX, UV-vis, FTIR, Raman y SEM para identificar sus caracterizaciones antes de ser decorado por el SnO<sub>2</sub> y el ZnO. También se evaluará como se comporta ante pruebas fotocatalíticas ante colorantes como el azul de metileno y rodamina 6G.

#### 6.1.1. DRX

Los espectros de difracción de rayos X (DRX) del óxido de grafeno (GO) de la Figura 32, muestran dos picos de difracción característicos que confirman la estructura del material

de acuerdo [63]. En el espectro DRX de GO, se observan dos picos principales:

Un pico agudo a aproximadamente  $2\theta = 10^\circ\text{-}11^\circ$ , correspondiente al plano (001) del GO. Este pico indica la presencia de grupos oxigenados en la estructura del grafeno, lo que resulta en un aumento en la distancia interplanar debido a la inserción de oxígenos y otros grupos funcionales entre las capas de grafeno [64]. Un segundo pico más amplio y menos intenso alrededor de  $2\theta = 42^\circ$ , que puede atribuirse al plano (100) del GO. Este pico sugiere la presencia de una pequeña cantidad de grafeno reducido o de regiones no completamente oxidadas dentro de la estructura del GO [63].

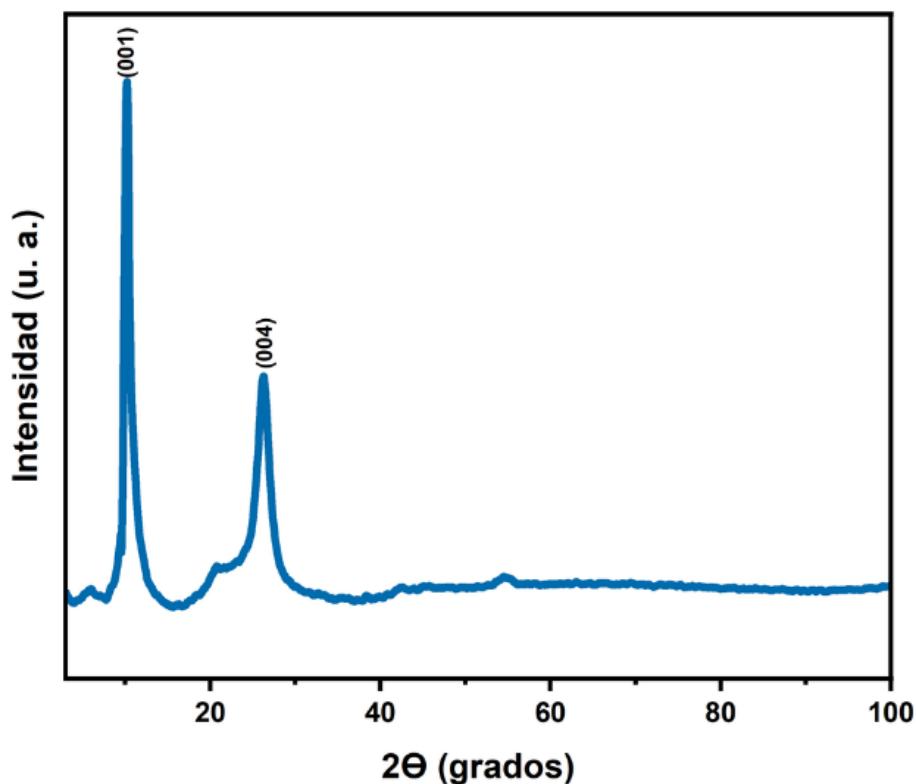


Figura 32: Patrón de difracción de rayos x del óxido de grafeno (GO).

### 6.1.2. UV-vis

Para el estudio en UV- vis del GO,  $\text{SnO}_2$  y  $\text{ZnO}$  se utilizó el espectroscopio UV-vis de la marca JASCO modelo V-670 que se encuentra en las instalaciones de la SEES, CINVESTAV de la Figura 19. El espectro UV-Vis del óxido de grafeno (GO) de la Figura

33 proporciona información clave sobre sus propiedades electrónicas y ópticas. En el caso del GO, el espectro presenta características distintivas que reflejan la presencia de grupos oxigenados y la estructura alterada del grafeno. Se visualiza un hombro de absorción a aproximadamente 300 nm, el cual es asociado con las transiciones  $n \rightarrow *$  de los grupos funcionales oxigenados, tales como los carbonilos y epóxidos, que están presentes en la superficie del GO. La presencia de este hombro confirma la incorporación de oxígeno en la estructura del grafeno.

Además de estos picos de absorción, el análisis del espectro UV-Vis permite la estimación del band gap del GO. Utilizando el método de Tauc de la ecuación 4, con una transición directa permitida de 2, el band gap del GO se ha calculado con una pendiente que cruza aproximadamente en un calor de 2.408 eV. Este valor indica una brecha energética significativa, mayor que la del grafeno puro, lo cual es consistente con la introducción de defectos y grupos oxigenados que interrumpen la estructura conjugada del grafeno.

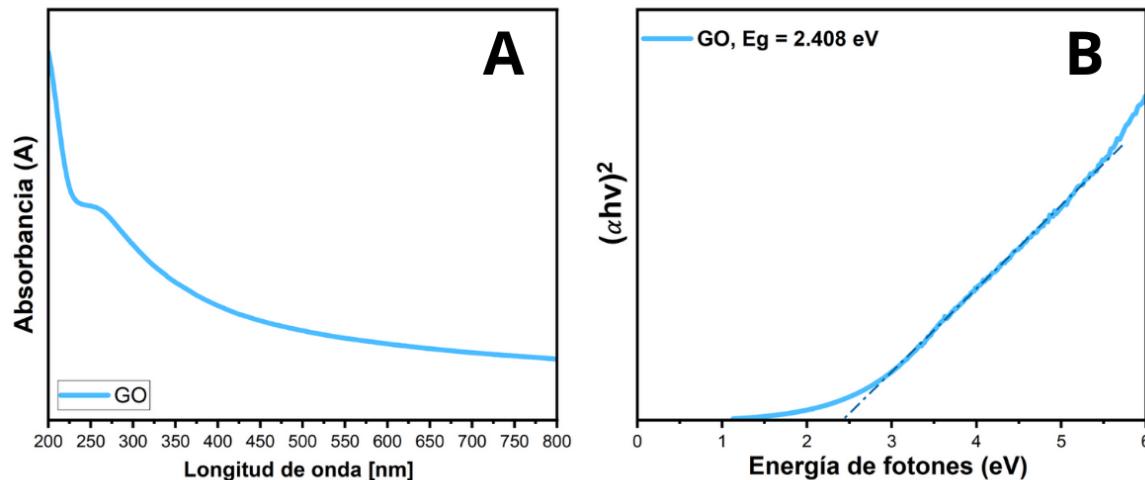


Figura 33: A, espectro de absorbancia en UV-vis del óxido de grafeno. B, band gab calculado por el método de Tauc Plot.

### 6.1.3. FTIR

El espectro de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR) del óxido de grafeno (GO) proporciona información detallada sobre los grupos funcionales presentes en la superficie

del material. Las principales bandas de absorción observadas en el espectro FTIR del GO y sus respectivas asignaciones son las siguientes:

En la Tabla 10 se describen los grupos químicos que se localizan de acuerdo al número de onda del espectro de la Figura 34, estas bandas se atribuyen a la presencia de grupos hidroxilo y agua adsorbida en la superficie del GO y que no están presentes en el grafeno puro [64, 65, 45].

El espectro FTIR del GO muestra claramente la presencia de diversos grupos funcionales oxigenados, lo que confirma la modificación de la estructura del grafeno a través de la oxidación. Estos grupos funcionales, como los hidroxilos, epóxidos, carbonilos y carboxilos, no solo alteran la estructura electrónica del grafeno, sino que también son importantes en la fotocatálisis para oxidar cromóforos [7].

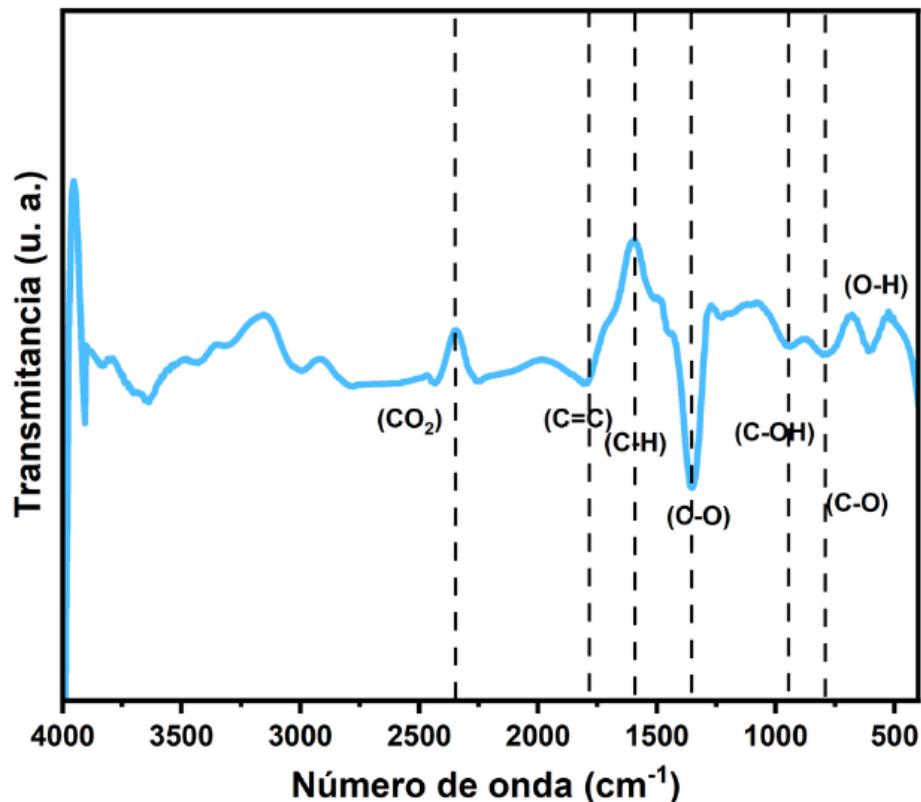


Figura 34: Espectro en FTIR del GO.

Tabla 10: Modos vibracionales y números de onda característicos para diferentes grupos químicos.

Grupo químico	Modo vibracional	Número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ )
O-H	Estiramiento	3400
C=O	Estiramiento	1729
C=C	Estiramiento	1620
C-O-C	Estiramiento	1220
C-O-H	Estiramiento	1050

#### 6.1.4. RAMAN

El espectro RAMAN del óxido de grafeno (GO) de la Figura 35, proporciona información valiosa sobre la estructura y la calidad del material, especialmente después de la oxidación del grafeno. Las principales características observadas en el espectro RAMAN del GO incluyen:

Banda D (  $1350 \text{ cm}^{-1}$ ): Esta banda está asociada con la vibración de defectos estructurales y desorden en la red de carbono. En el GO, la presencia de grupos funcionales oxigenados y defectos introducidos durante la oxidación contribuye significativamente a esta banda [7].

Banda G (  $1580 \text{ cm}^{-1}$ ): La banda G es característica del modo de vibración Eg del grafeno, que corresponde a las vibraciones de estiramiento de los enlaces C-C  $\text{sp}^2$  en una red de grafeno ordenada. Aunque el GO está oxidado y presenta cierto desorden, la banda G aún es prominente, indicando la persistencia de regiones de grafeno no oxidado [66].

El espectro RAMAN del GO de la Figura 35 refleja la combinación de estructuras de grafeno oxidado y regiones de grafeno no oxidado que coexisten en el material. La relación entre las intensidades de las bandas D y G, proporcionan información sobre el grado de oxidación, el desorden estructural y la preservación de la estructura del grafeno en el GO.

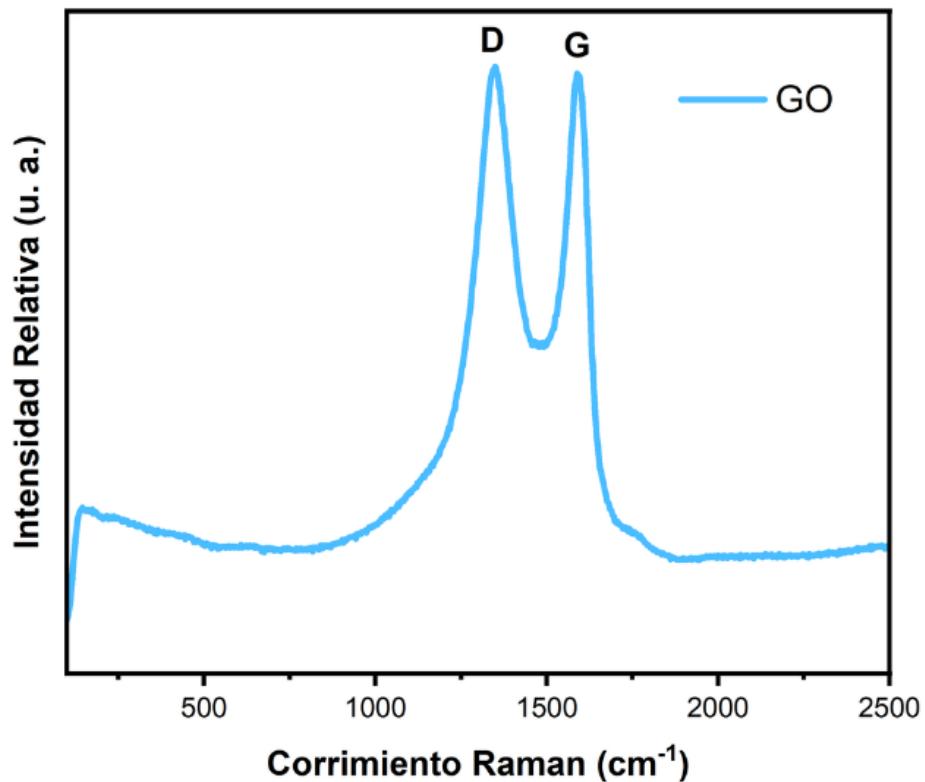


Figura 35: Espectro RAMAN del óxido de grafeno para la banda D y G.

#### 6.1.5. SEM

El análisis por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) de la Figura 36 del óxido de grafeno (GO) proporciona una visualización detallada de la morfología superficial y la estructura del material a 1  $\mu\text{m}$  a 2.0 kV. Durante el análisis SEM del GO, se observan dos características importantes:

**Estructura Laminar:** El GO muestra una estructura laminar, caracterizada por capas delgadas y planas dispuestas de manera ordenada. Estas capas son visibles en las imágenes SEM como estructuras planas y extendidas, indicativas de la estructura de hoja única del GO [7].

**Superficie Rugosa:** Debido a la oxidación y los grupos funcionales, la superficie del GO presenta rugosidades y protuberancias irregulares. Estas características son evidentes en las imágenes SEM de la Figura 36, donde se observan superficies con textura, con detalles

estructurales finos y regiones de mayor y menor densidad de defectos [66].

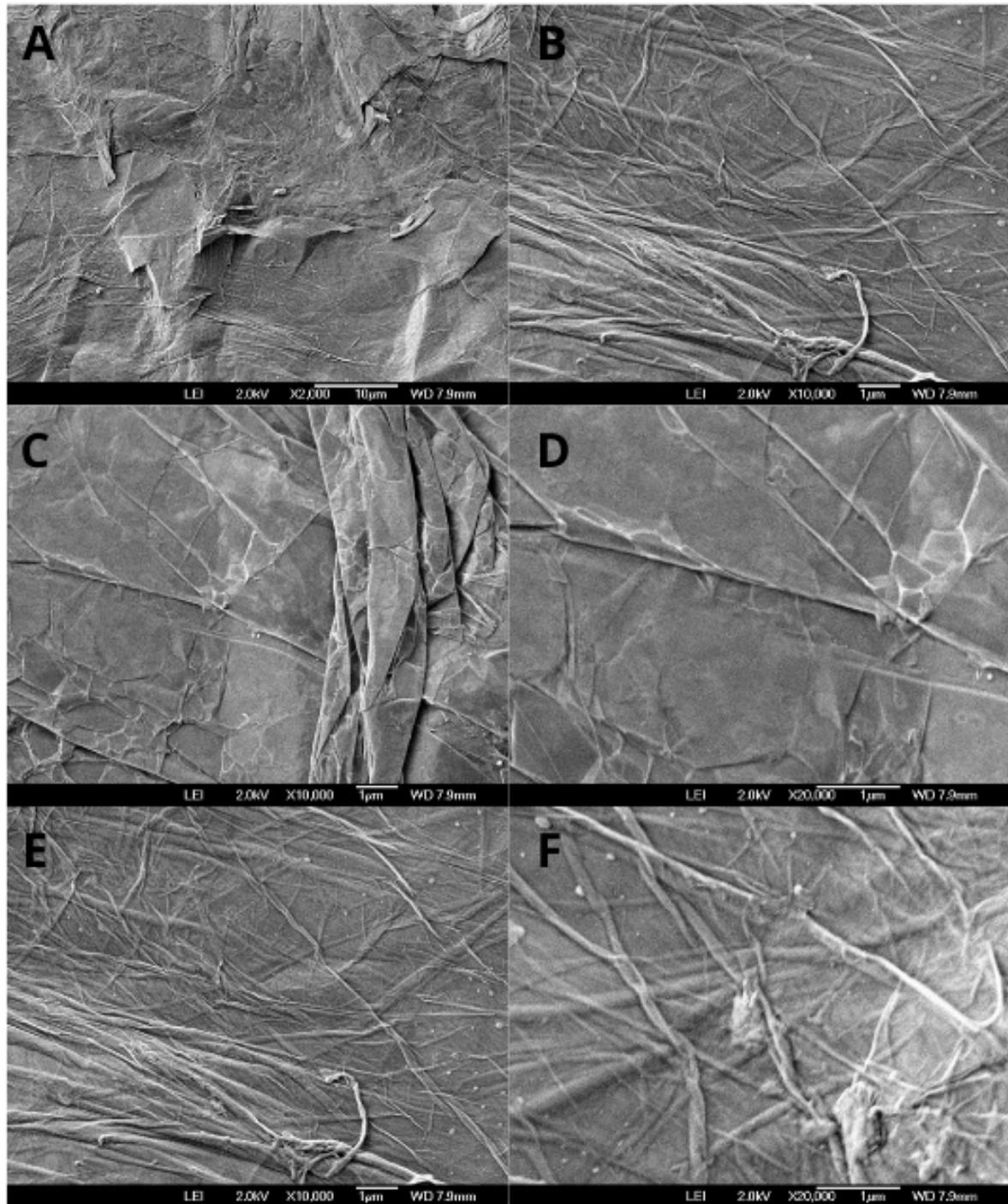


Figura 36: Microscopia electrónica de barrido del óxido de grafeno.

## 6.2. Discusión y análisis de resultados del SnO<sub>2</sub>

Una vez sintetizados y secados los catalizadores de SnO<sub>2</sub> se analizarán por DRX y con base en los resultados se elegirá el catalizador con las mejores condiciones de tiempo y temperatura para luego variar el tiempo. Una vez obtenido, los catalizadores se caracterizarán por DRX, UV-vis, FTIR, RAMAN y SEM, para identificar sus características fotocatalíticas como menor banda ancha, el de tamaño cristalino más pequeño, el de mayor presencia de grupos funcionales oxigenados y el de una morfología con nanoesferas aglomeradas.

### 6.2.1. DRX

Las muestras se caracterizaron con la técnica de difracción de rayos x con el equipo del CICQS Difractómetro de rayos X Bruker D8 Advance LinxEye, con condiciones de 2 de 20° a 80°, 30 kV, 25 mA, 0.03°/paso, 0.3 s/paso. Fuente de rayos X: Tubo de descarga con ánodo de cobre ( $K_1 = 0.1540 \text{ \AA}$ ). Detector: unidimensional (LinxEye fast speed) con área activa de 14 mm x 16 mm y eficiencia del 0.98 de la Figura 18.

Para el estudio de un semiconductor que funcione como fotocatalizador capaz de acelerar la reacción se replicó la investigación [9] de dióxido de estaño por síntesis hidrotermal, donde se utilizó como precursor él ( $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ ) y como reductor NaOH lo que nos dio un pH ácido de 3. Para el uso de la autoclave se siguió la metodología para las 4 muestras etiquetadas como A, B, C y D, la primera a 190 °C y 48 h, la segunda a 190 °C a 48 h, la tercera a 160 °C a 20 h y la última a 100 °C a 20 h, cada una con secado de 24 h y sin calcinar.

El primer espectro de la Figura 37 que se visualiza es amorfo, ya que se formó por la síntesis solvotermal, en donde no hay presencia de condiciones térmicas. Las siguientes cuatro muestras se sometieron a las condiciones de síntesis hidrotermal. Es posible distinguir picos de difracción que indexan con la carta cristalográfica JCPDS 00-001-0667, que corresponde al dióxido de estaño con una estructura cristalina de rutilo.

Con ayuda del software Origin 2023, se graficaron los espectros de la Figura 37 y se calculó con la ecuación 3 de Scherrer el tamaño promedio de los cristalitos con los tres picos característicos que se encuentran en los índices de Miller (110), (200) y (220), donde la prueba C tiene un tamaño cristalino de 7,3646 nm que lo convierten en la prueba más pequeña y podemos distinguir en la Tabla 11, que el tamaño del FWHM (Full Width at Half Maximum) o la anchura a media altura es inversamente proporcional al tamaño promedio

del cristalito.

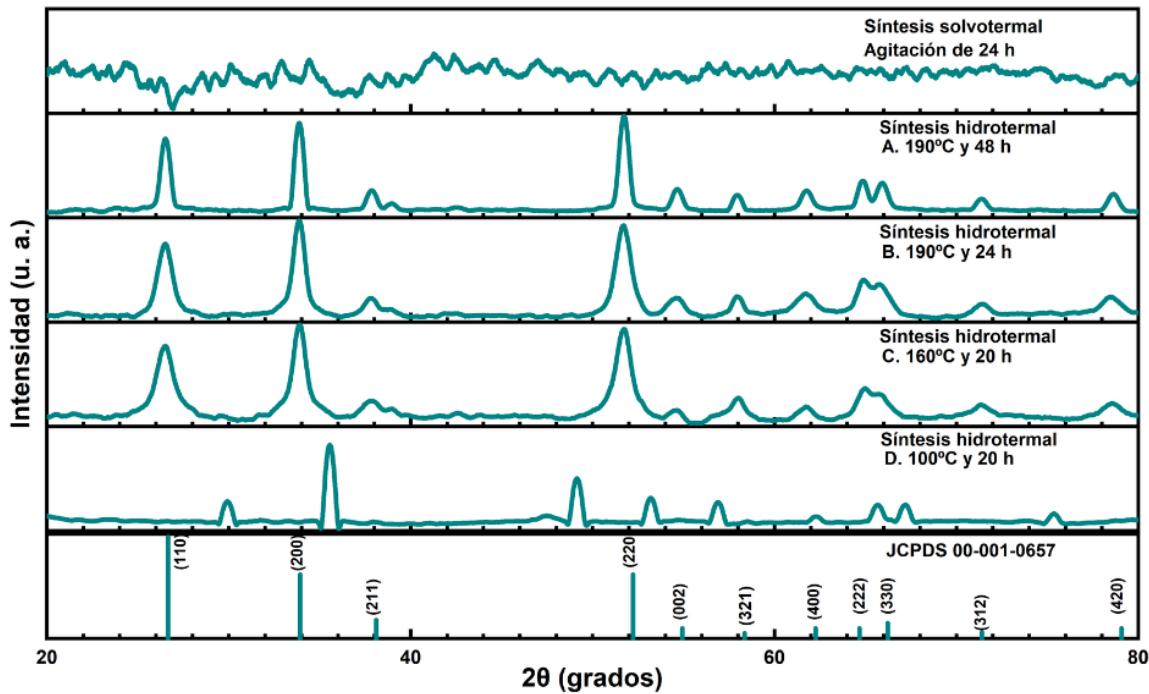


Figura 37: Patrón de difracción de rayos X del dióxido de estaño sin calcinar.

Tabla 11: Tamaño cristalino promedio siguiendo la metodología sin calcinar de Talebian y Jafarinezhad [9].

Muestra	Picos	Posición (x)	FWHM	Tamaño (nm)	L (nm)
A	(110)	26.52059	0.48232	16.80	21.109
	(200)	33.87299	0.32529	25.40	
	(220)	37.85314	0.39518	21.12	
B	(110)	26.48485	1.07081	7.55	6.868
	(200)	33.86481	0.6704	12.29	
	(220)	43.82059	11.03726	0.77	
C	(110)	26.49445	1.76546	4.58	7.252
	(200)	33.87809	0.963	8.55	
	(220)	37.83798	0.96376	8.63	

Con respecto a la prueba D de la metodología, se puede decir que sus picos de difracción no coinciden con la carta cristalográfica a diferencia de las demás pruebas a presión y

temperatura, se tiene entonces fases mezcladas de  $\text{SnO}$  y  $\text{SnO}_2$ . Por lo que el patrón original no está corrido, no al menos por causa del equipo, está corrido por la presencia mayoritaria de una de esas dos fases. El patrón original considera cualitativamente y cuantitativamente ambas fases y su corrimiento (“aparente”) respecto de los de  $\text{SnO}_2$  es consecuencia de las dos fases en conjunto y que predomine una más que la otra.

Por lo que se decidió calentar en la mufla las siguientes muestras a 24 h a 190 °C cada una para obtener la estructura cristalina deseada, como en la Figura 38, donde se aprecia, que coinciden los picos de difracción y el tamaño promedio de los 3 picos cristalinos disminuye, por lo que el calentar mejora nuestra muestra cristalina.

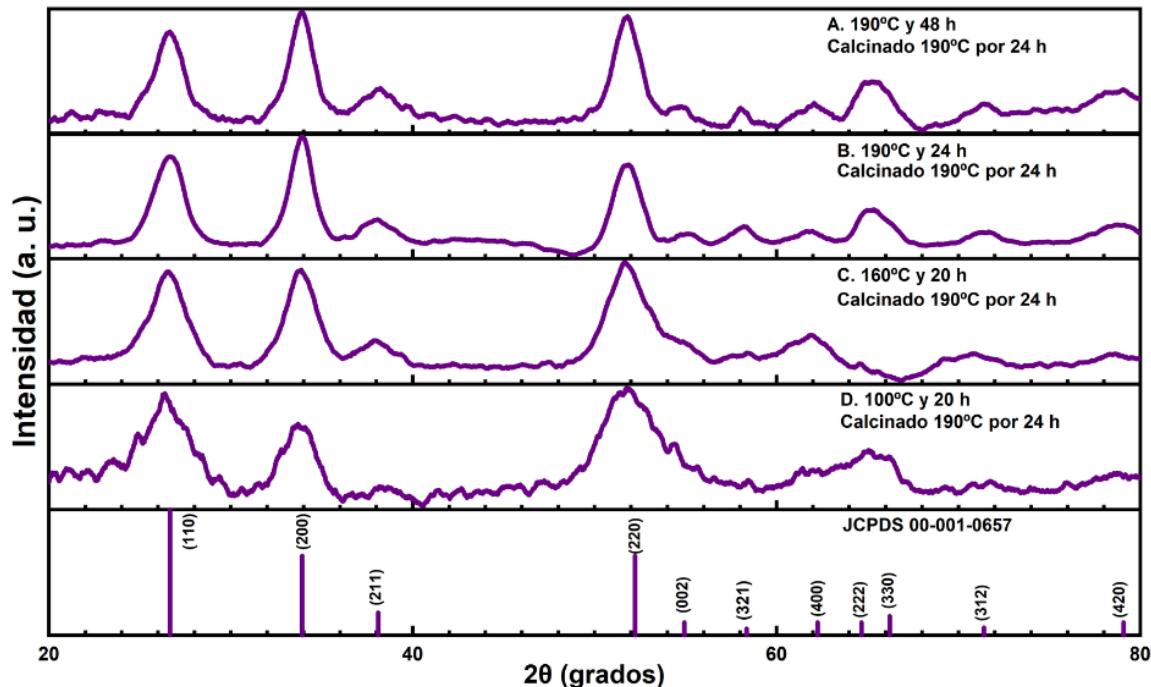


Figura 38: Patrón de difracción de rayos X del dióxido de estaño calcinado.

El tamaño cristalino se relaciona con la fotocatálisis porque entre menor sea el tamaño cristalino mayor será el área superficial. Esto significa que una mayor proporción de átomos o moléculas en la superficie del fotocatalizador están disponibles para interactuar con las moléculas objetivas en una reacción de fotocatálisis. Como resultado, hay más lugares activos para que ocurran las reacciones, lo que aumenta la eficiencia.

Tabla 12: Muestras de la Figura 38 y sus Características

Muestra	Picos	Posición (x)	FWHM	Tamaño (nm)	Promedio (nm)
A	(110)	26.514	2.275	3.55	3.385
	(200)	33.874	1.342	6.13	
	(220)	43.327	17.611	0.48	
B	(110)	26.622	2.013	4.01	3.981
	(200)	33.881	1.715	4.79	
	(220)	37.860	2.650	3.14	
C	(110)	26.582	2.728	2.96	2.946
	(200)	33.730	2.097	3.92	
	(220)	52.019	4.462	1.96	
D	(110)	26.568	2.761	2.93	3.315
	(200)	33.832	2.341	3.51	
	(220)	37.868	2.367	3.51	

Los cristales más pequeños tienden a reducir la recombinación de electrones y huecos, lo que es esencial para mantener una mayor eficiencia en la fotocatálisis. Cuanto más pequeño sea el cristal, menor será la probabilidad de que los electrones y huecos generados vuelvan a combinarse antes de participar en una reacción química.

Sin embargo, es importante mencionar que el tamaño óptimo de los cristales depende del material y de la aplicación específica de la fotocatálisis. En algunos casos, los cristales demasiado pequeños pueden experimentar fenómenos de aglomeración o degradación de la eficiencia debido a la pérdida de ciertas propiedades.

De acuerdo a lo anterior, se eligió la muestra C de la metodología de dióxido de estaño de la investigación [9], por ser la muestra con el tamaño cristalino más pequeño, lo que favorece la fotocatálisis. Con base en la muestra C propuso 4 muestras con una temperatura fija de 160 °C, con tiempo variado de 10, 20, 30 y 40 h, con un pH ácido de 3, una temperatura de secado de 60 °C por 5 h y una temperatura de calcinación de 190 °C por 24 h. Esto con el propósito de distinguir la influencia del tiempo en la síntesis hidrotermal y el tamaño cristalino más pequeño para el SnO<sub>2</sub>.

En la Figura 39 las 4 muestras se etiquetaron como 10SnO<sub>2</sub>, 20SnO<sub>2</sub>, 30SnO<sub>2</sub> y 40SnO<sub>2</sub>, de acuerdo al incremento en el tiempo se distingue que todas las muestras coinciden con los picos de la carta cristalográfica JCPDS 00-001-0657, también se percibe que los tres picos característicos con índices de Miller son (110), (200) y (220) y a partir de la ecuación de Scherrer se calcula el tamaño cristalino promedio como se indica en la Tabla

13. No se hace un promedio general, ya que eso nos podría incrementar el error.

El tamaño promedio cristalino más pequeño es del 30SnO<sub>2</sub> con un valor de 2.64 nm, un microstrain de 4.86 y una densidad de dislocación de 146.27, al tener más defectos cristalinos en su red explicaría por qué no están bien definidos sus picos cristalinos.

La muestra con los picos cristalinos más definidos es la muestra 40SnO<sub>2</sub> y la de 10SnO<sub>2</sub> con un valor promedio de 4.53 nm y 4.63 respectivamente, con un microstrain de 2.81 y 2.69, una densidad de dislocación con valor de 50.23 y 51.11, al ser las muestra con menos defectos cristalinos en su red explicaría por qué están bien definidos sus picos cristalinos.

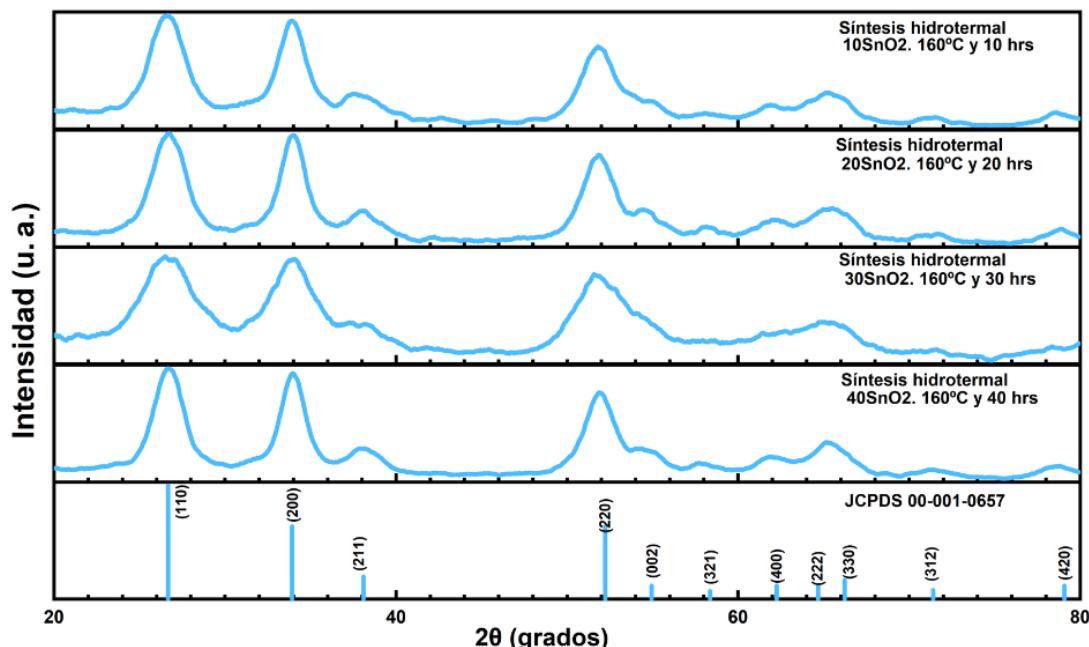


Figura 39: Patrón de difracción de rayos x del dióxido de estaño calcinado variando el tiempo y con temperatura fija.

Sin embargo, para una caracterización detallada del decorado, se requiere un análisis más específico que puede incluir técnicas adicionales, como UV-VIS, Raman, FTIR, para determinar la composición elemental de la muestra decorada.

Tabla 13: Muestras de la Figura 39 y sus Características

Muestra	Picos	Posición (x)	FWHM	Tamaño (nm)	Promedio (nm)
10SnO <sub>2</sub>	(110)	26.632300	2.22083	3.67	4.63
	(200)	34.105800	1.812963	4.58	
	(220)	52.176500	1.569875	5.64	
20SnO <sub>2</sub>	(110)	26.701420	2.288577	3.56	4.08
	(200)	34.152190	1.772355	4.69	
	(220)	51.931260	2.206117	4.00	
30SnO <sub>2</sub>	(110)	26.611550	3.311873	2.45	2.64
	(200)	33.973890	2.831668	2.92	
	(220)	52.125670	3.46708	2.54	
40SnO <sub>2</sub>	(110)	26.698090	1.989464	4.06	4.53
	(200)	33.979650	1.588004	5.17	
	(220)	51.985120	2.004494	4.36	

### 6.2.2. UV-vis

Los espectros de absorbancia UV-Vis de las nanopartículas de 10SnO<sub>2</sub>, 20SnO<sub>2</sub>, 30SnO<sub>2</sub> y 40SnO<sub>2</sub> se muestran en la Figura 40. Generalmente, las nanopartículas semiconductoras se someten a un confinamiento cuántico que depende del tamaño. La banda prohibida de los materiales aumenta cuando el tamaño de las partículas disminuye y el borde de absorción se desplaza hacia el lado de mayor energía.

En consecuencia, en el presente trabajo, el pico de absorción observado de las 4 muestras de la gráfica de "Dióxido de Estaño." es a 300 nm para las nanopartículas de SnO<sub>2</sub>. Para las partículas de 1GO hay un corrimiento a la derecha, lo que indica un desplazamiento hacia el rojo. La banda prohibida se calcula usando la ecuación 4, donde toma el valor de dos para una transición directa permitida, A es una constante llamada parámetro de cola de bandas, y h es la fotoenergía incidente.

La banda prohibida directa se estimó utilizando Tauc plot con ayuda del software Origin 2023, que se traza entre  $hm$  y  $(ahm)^2$ . La Figura 40 muestra la banda prohibida de las nanopartículas de 10SnO<sub>2</sub>, 20SnO<sub>2</sub>, 30SnO<sub>2</sub>, 40SnO<sub>2</sub> y las de óxido de grafeno decorado con SnO<sub>2</sub>, 1GO, 2.5GO, 5GO, 10GO. La banda prohibida directa de las nanopartículas 10SnO<sub>2</sub>, 20SnO<sub>2</sub>, 30SnO<sub>2</sub>, 40SnO<sub>2</sub> es 3.530, 2.575, 3.201 y 2.642 eV, respectivamente.

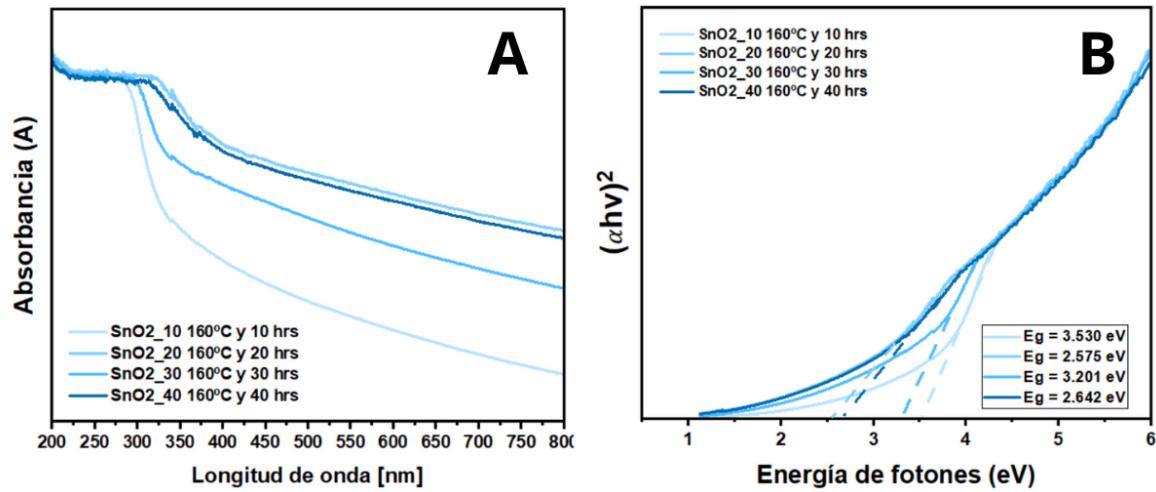


Figura 40: A, espectro de absorbancia en UV del dióxido de estaño en sus 4 diferentes temperaturas. B, el cálculo del Band Gap por el método de Tauc Plot.

### 6.2.3. FTIR

El espectro de FTIR del dióxido de estaño después de tratarlo a una temperatura fija de 160 °C y un tiempo variable de 10, 20, 30 y 40 h. En la Figura 41 la fuerte vibración que se extiende de 500 a 4000 cm<sup>-1</sup> indica la presencia de enlaces de hidrógeno involucrados en O-H, derivados del agua adsorbida y grupos Sn-OH.

En el citrato sólido, los grupos carboxilo son ionizados, por lo que el pico de 1538 cm<sup>-1</sup> se puede asignar a vibración del grupo COO del complejo de citrato, entre el pico a 1716 cm<sup>-1</sup> probablemente corresponde al COOR, causados por cloro. Los picos entre 1118 y 900 cm<sup>-1</sup> se atribuyen a la vibración de enlaces hidroxilo-estaño. La vibración en 424 cm<sup>-1</sup> está relacionada con la vibración del oxígeno terminal de Sn-OH y el pico a 603 y 796 cm<sup>-1</sup> es atribuible a los grupos funcionales puente OXO (OSnO).

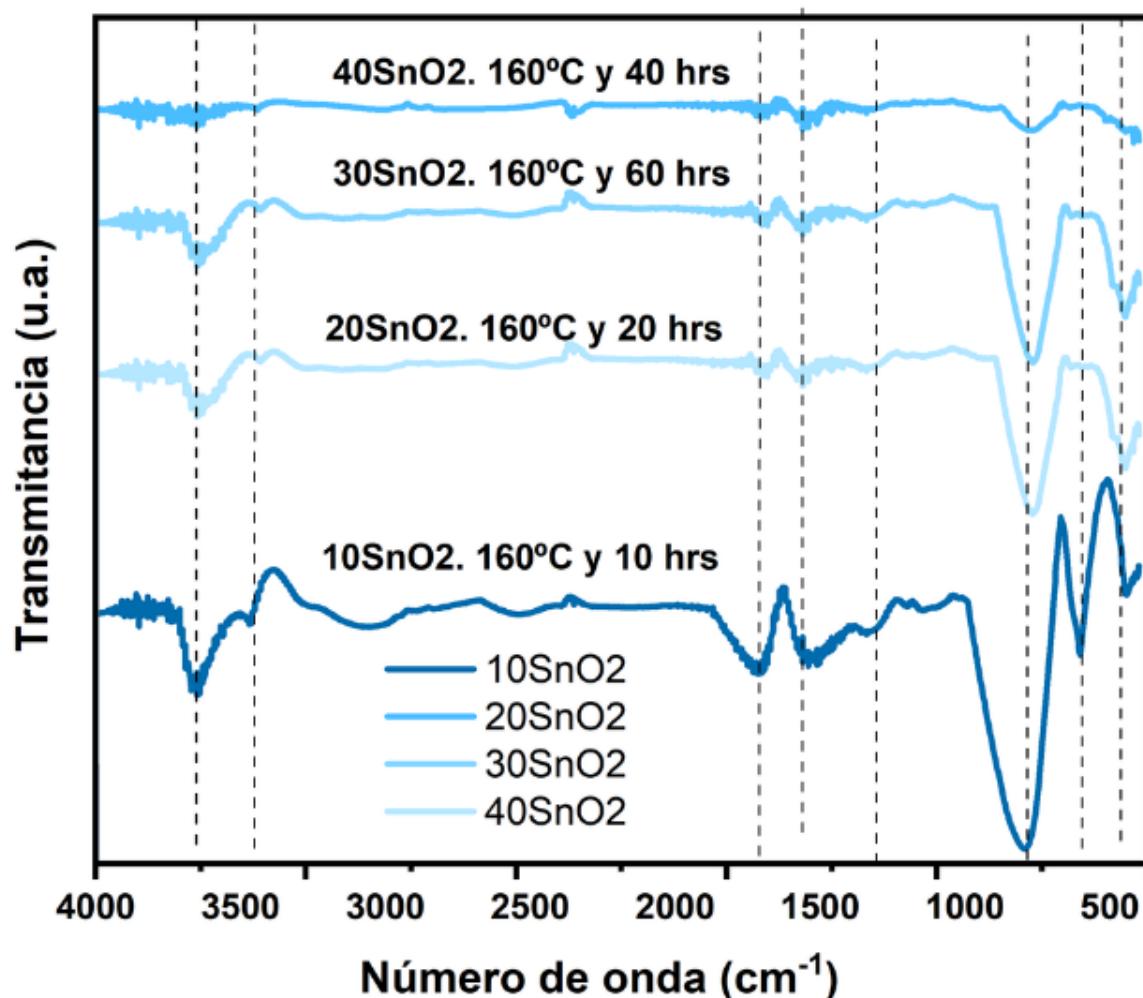


Figura 41: Espectro en FTIR de dióxido de estaño calcinado variando el tiempo de reacción de 10-40 h.

Tabla 14: Modos vibracionales característicos de diferentes grupos químicos del SnO.

Grupo Químico	Modo Vibracionales	Número de Onda ( $\text{cm}^{-1}$ )
COO	Tensión simétrica	1538
COOR	Tensión simétrica	1716
Sn-OH	Tensión simétrica	118-900
OXO (OSnO)	Tensión simétrica	603 y 796

#### 6.2.4. RAMAN

En la espectroscopia de RAMAN de pared simple es posible distinguir si el material es semiconductor o metálico debido a la quiralidad, esto quiere decir que el material cuenta con la característica de no ser superponible con su imagen especular (mano izquierda sobre mano derecha). Es muy útil para identificar heteroátomos de tipo n o p y poder describir la estructura, número de láminas, la calidad y los defectos que se presenten en la muestra en polvo, en este caso.

Es bien sabido que la estructura tetragonal del rutilo  $\text{SnO}_2$  tiene seis átomos (dos Sn y cuatro iones O) en cada celda unitaria, y los modos de vibración de la red normal. Los modos activos Raman de B1g, Eg, A1g y B2g están permitidos en rutilo  $\text{SnO}_2$  con el punto grupo de D<sub>4h</sub> 4h y el grupo espacial de P42/mnm [4]. La Figura 42 muestra los espectros de dispersión Raman de los productos tal como están preparados. Los picos ubicados en 134.191, 632.787 y 771.778  $\text{cm}^{-1}$  corresponder a las vibraciones B1g, Eg, A1g y B2g, respectivamente.

Esto confirma que el producto preparado es el rutilo tetragonal  $\text{SnO}_2$ . Además, una amplia y fuerte pico en 570,607  $\text{cm}^{-1}$  y un pico débil en 303,482  $\text{cm}^{-1}$  se observa en los espectros. Se ha demostrado que no son los modos activos Raman de rutilo tetragonal  $\text{SnO}_2$  y no se puede observar en general. Que se observen aquí puede estar relacionado con el área de la superficie facetaria de las nanohojas, que son causadas por el efecto de tamaño pequeño de las nanopartículas.

Además, un nuevo pico de 401  $\text{cm}^{-1}$  también se detecta en los espectros. Aunque este modo vibratorio necesita más estudios, se cree que se atribuye a la reducción del tamaño de las nanopartículas o a la alta concentración de defectos superficiales, como vacantes de oxígeno según la relajación del Raman la regla de selección. Como conjectura, el pequeño tamaño y los defectos superficiales de las nanoláminas de  $\text{SnO}_2$  pueden ser un efecto positivo en fotocatálisis.

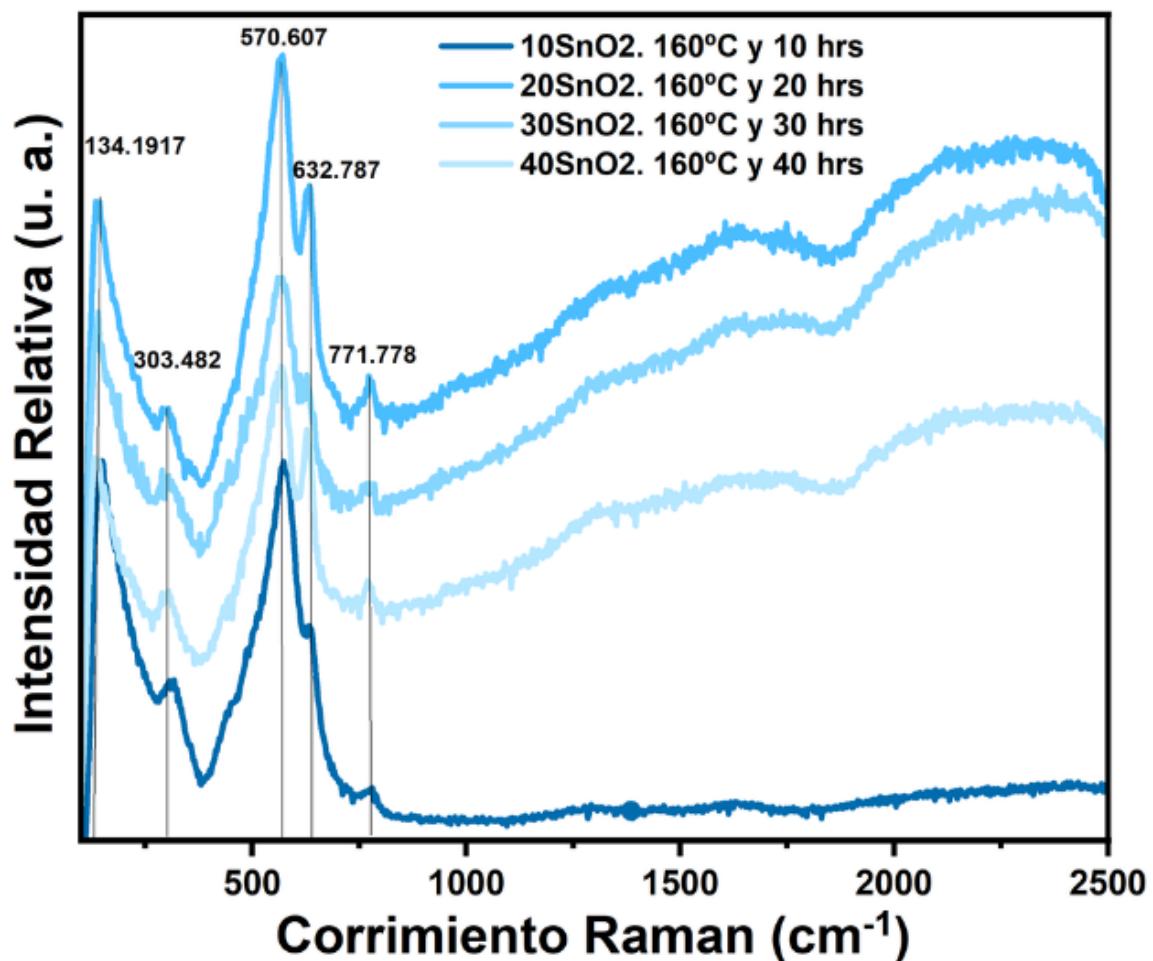


Figura 42: Espectro RAMAN del dióxido de estaño con la la temperatura fija y sus 4 variaciones de temperatura.

Tabla 15: Frecuencias de modos vibracionales para muestras de SnO<sub>2</sub>.

Muestra	B <sub>1g</sub>	E <sub>U</sub>	A <sub>2g</sub>	A <sub>1g</sub>
10SnO <sub>2</sub>	134.1917	303.482	570.607	771.778
20SnO <sub>2</sub>	134.1917	303.482	570.607	771.778
30SnO <sub>2</sub>	134.1917	303.482	570.607	771.778
40SnO <sub>2</sub>	134.1917	303.482	570.607	771.778

### 6.2.5. SEM

En la imagen SEM de la Figura 43, no se perciben claramente las nanoesferas individuales debido a las limitaciones de resolución, pero se distinguen aglomerados de nanoesferas con un tamaño aproximado de 1  $\mu\text{m}$ . Estos aglomerados aparecen como estructuras compactas y distribuidas de manera uniforme sobre la superficie del material, indicando que las nanoesferas tienden a formar cúmulos a esa escala. La morfología general de estos aglomerados sugiere una interacción entre las nanoesferas, lo que genera la formación de estas agrupaciones visibles.

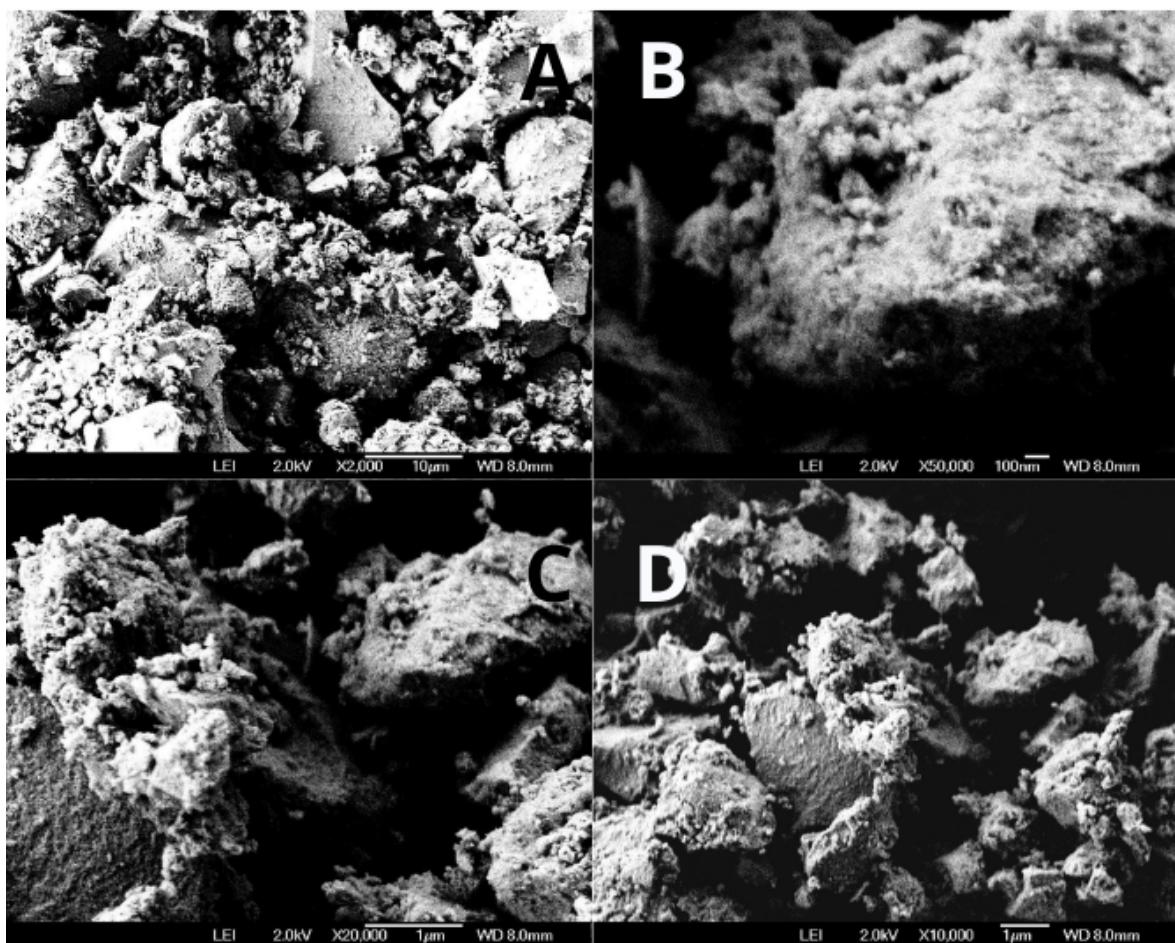


Figura 43: Microscopía electrónica de barrido del dióxido de estaño para las cuatro muestras: A para 10SnO<sub>2</sub>, B para 20SnO<sub>2</sub>, C para 30SnO<sub>2</sub> y D para 40SnO<sub>2</sub>.

### 6.3. Discusión y análisis de resultados del SnO<sub>2</sub>@GO

Se repetirá la metodología de acuerdo al material con mejores condiciones de tiempo, pH y temperatura para los catalizadores decorados de SnO<sub>2</sub>@GO, haciendo diferentes concentraciones en el medio de reacción para molaridades de 0.1, 0.2, 0.4 y 1 M se llevará a pruebas de caracterización de DRX, UV-vis, FTIR, Raman, XPS y SEM para identificar sus características fotocatalíticas y ponerlos a prueba ante los colorantes de AM y R6G.

#### 6.3.1. DRX

El cambio en la concentración del medio de reacción (agua y etanol) afecta significativamente el proceso de nucleación y crecimiento de las nanopartículas de SnO<sub>2</sub> en el nanocompuesto SnO<sub>2</sub>@GO. Las condiciones de síntesis alteran el tamaño cristalino, lo que se refleja en el ensanchamiento o estrechamiento de los picos en los espectros de DRX de la Figura 44. Las proporciones adecuadas de agua y etanol controlan la morfología y la dispersión de las nanopartículas, optimizando la interacción con el GO y, por lo tanto, la eficiencia fotocatalítica del material.

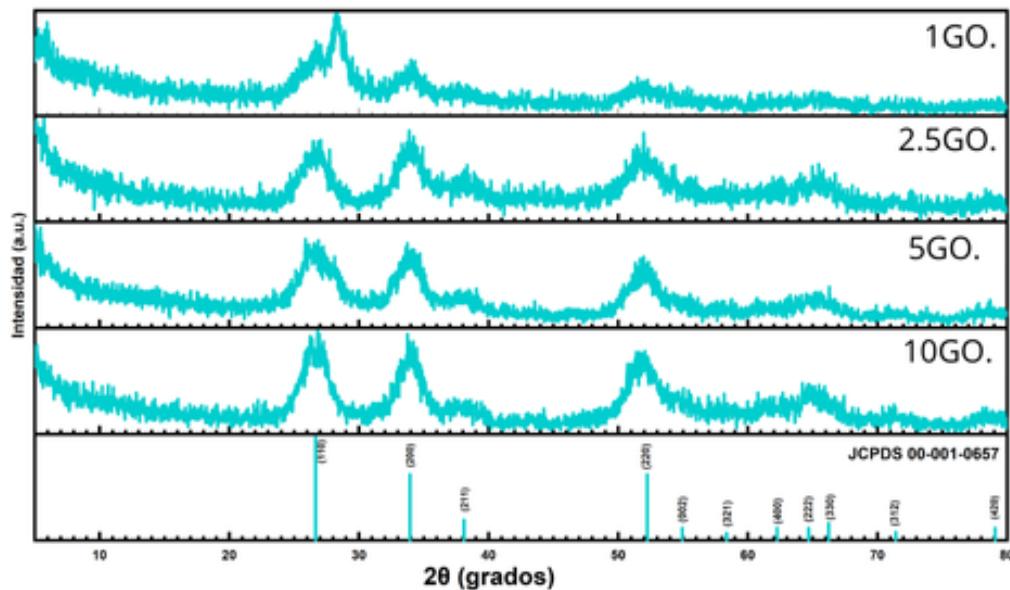


Figura 44: Patrón de difracción de rayos x del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño, variando la concentración del medio de reacción del dióxido de estaño.

Tabla 16: Materiales de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$ .

Muestra	Miller	(x)	FWHM	Tamaño	Promedio
1GO	(110)	28.392	8.312	0.95	3.47
	(200)	33.945	1.340	6.05	
	(220)	52.071	2.412	3.40	
2.5GO	(110)	26.593	2.226	3.63	3.41
	(200)	34.047	2.210	3.72	
	(220)	52.052	3.029	2.89	
5GO	(110)	26.708	3.148	2.56	3.05
	(200)	33.987	2.383	3.45	
	(220)	52.971	2.793	3.13	
10GO	(110)	26.617	2.392	3.37	3.36
	(200)	33.937	2.162	3.80	
	(220)	52.028	3.021	2.89	

### 6.3.2. UV-vis

Para  $\text{SnO}_2@\text{GO}$  su banda prohibida directa de las nanopartículas 1GO, 2.5GO, 5GO, 10GO, es 4.883, 4.429, 3.461, 3.733 eV respectivamente. De la literatura se desprende que al disminuir la banda prohibida está asociado con una disminución en el tamaño de las partículas, lo cual es bueno, ya que de acuerdo a la literatura el band gap del  $\text{SnO}_2$  es de 3.6 eV y en la prueba 5GO se disminuyo como se observa en la Figura 45. [9].

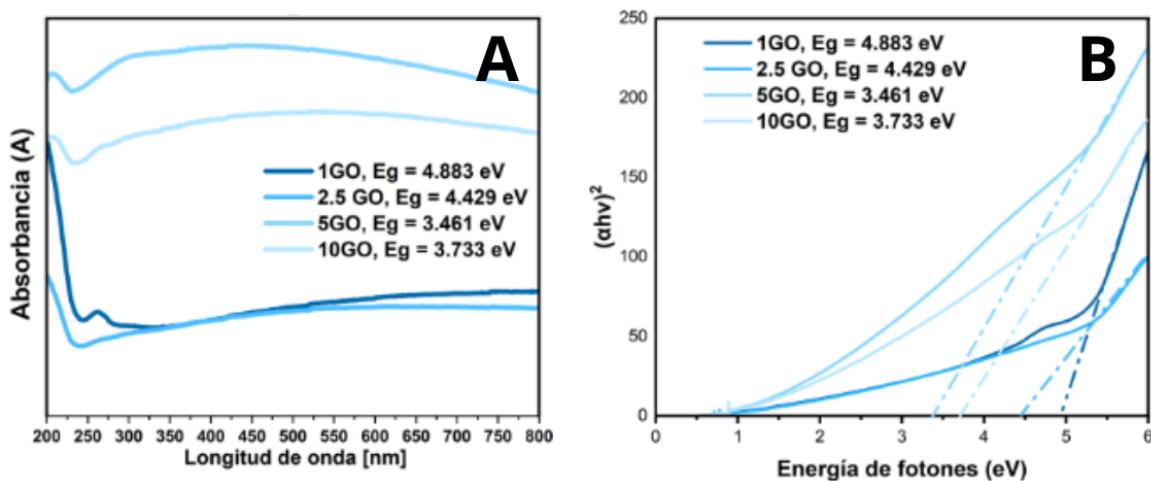


Figura 45: A, espectro de absorbancia en UV del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño variando la temperatura de 10 a 30 h. B, el cálculo del Band Gap por el método de Tauc Plot.

### 6.3.3. FTIR

De acuerdo al espectro de FTIR de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$  de la Figura 46 se identificaron los siguientes grupos funcionales de GO de la Tabla 17: Grupo hidroxilo (OH): Una banda ancha alrededor de  $3200\text{-}3600 \text{ cm}^{-1}$  debido a las vibraciones de estiramiento de los grupos hidroxilo (OH) adsorbidos o ligados a la superficie del GO. Estiramiento C=O: Una banda fuerte alrededor de  $1720 \text{ cm}^{-1}$ , correspondiente a los grupos carbonilo (C=O) de los ácidos carboxílicos o cetonas. Estiramiento C=C: Una banda en torno a  $1620 \text{ cm}^{-1}$ , relacionada con las vibraciones de los enlaces dobles carbono-carbono en el esqueleto de grafeno. Estiramiento C-O-C y C-OH: Bandas entre  $1000$  y  $1300 \text{ cm}^{-1}$ , que indican la presencia de epóxidos y alcoholes (C-O-C y C-OH, respectivamente).

Cuando se realiza una síntesis hidrotermal de  $\text{SnO}_2$  y GO, es posible observar cambios en el espectro FTIR debido a la interacción entre estos dos materiales:

Modificaciones en las bandas de  $\text{SnO}_2$ : La presencia de GO puede inducir cambios en las bandas características de  $\text{SnO}_2$ , especialmente si hay formación de enlaces entre  $\text{SnO}_2$  y los grupos funcionales del GO. Esto puede resultar en desplazamientos de las bandas de Sn-O o la aparición de nuevas bandas.

Reducción de grupos oxigenados en GO: Durante la síntesis hidrotermal, el GO puede sufrir una reducción parcial, disminuyendo la intensidad de las bandas relacionadas con los grupos oxigenados (OH, C=O, C-O-C, C-OH) y aumentando la intensidad de la banda de C=C, lo cual indica una recuperación parcial de la estructura de grafeno.

Nuevas interacciones: La formación de enlaces químicos o interacciones fuertes entre  $\text{SnO}_2$  y GO puede resultar en nuevas bandas en el espectro FTIR. Estas bandas pueden aparecer en la región de  $1000\text{-}1600 \text{ cm}^{-1}$ , donde los modos de vibración de los grupos funcionales oxigenados pueden acoplarse con las vibraciones de  $\text{SnO}_2$ .

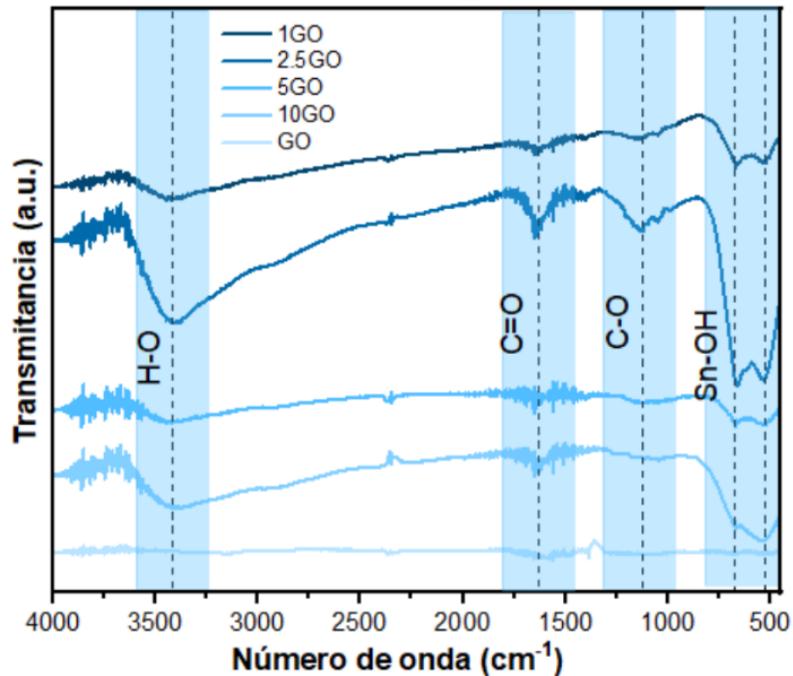


Figura 46: Espectro en FTIR del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño.

Tabla 17: Modos vibracionales de grupos químicos en GO y  $\text{SnO}_2$ .

Grupo Químico	Modo Vibracional	Número de Onda ( $\text{cm}^{-1}$ )
Óxido de Grafeno (GO)	C-O, C=O, C=C, C-O-C, C-OH, C=C	1130, 1650
	Tensión simétrica	
Dióxido de Estaño ( $\text{SnO}_2$ )	Sn-OH	530-669
	Tensión simétrica	

#### 6.3.4. RAMAN

La singularidad de Van Hove del GO en los espectros RAMAN se pueden distinguir claramente en la Figura 47 y puntualmente en la Tabla 18, en donde los espectros fotónicos del  $\text{SnO}_2@\text{GO}$  que se perciben alrededor de  $1600 \text{ cm}^{-1}$ , esta banda pertenece a la vibración de primer orden o fundamental conocida como banda grafítica ( $G+$ ) que pertenece al GO.

Para grafito policristalino se distingue una banda situada aproximadamente en  $1350 \text{ cm}^{-1}$  conocida como D o de desorden inducido que se involucra fonones de segundo orden. Esta banda nos indica defectos en la red cristalina y por ende de su calidad [66].

La relación de intensidad (ID/IG) de la banda D a la banda G es relacionado con la extensión del grado de trastorno y el tamaño promedio del sp<sub>2</sub> dominios. La intensidad del valor de ID/IG para 1GO, 2.5GO, 5GO y 10GO es de 0.8415, 0.84531, 0.8415 y 0.83609 respectivamente. Lo que significa que la concentración en el GO es constante en cada catalizador.

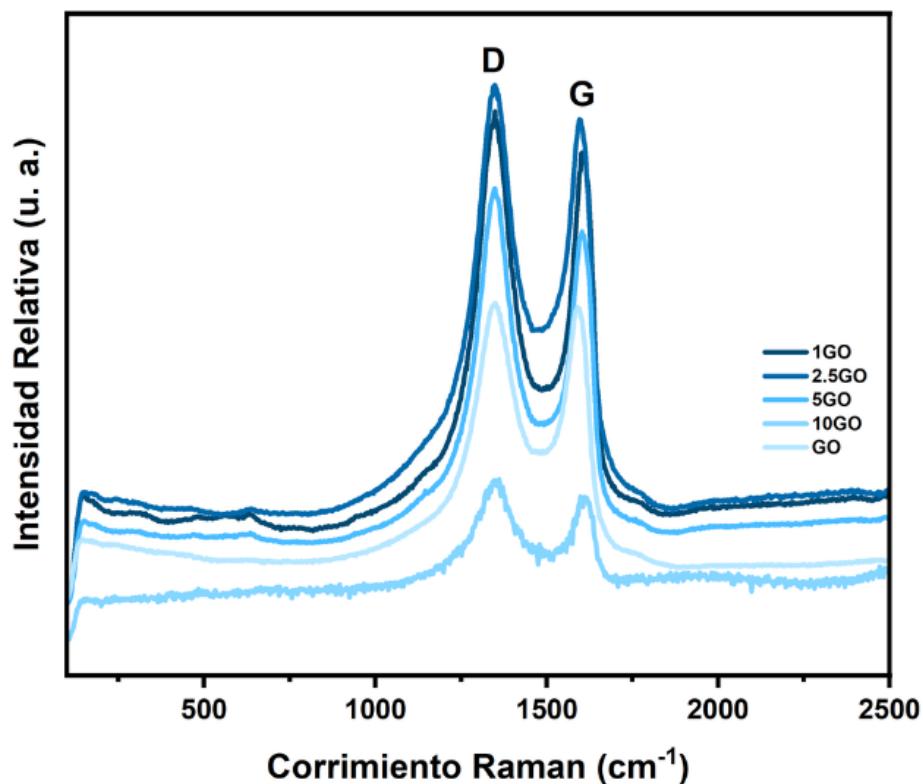


Figura 47: Espectro RAMAN del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño, donde se visualiza la banda D y G.

Tabla 18: Corrimiento RAMAN de las bandas características de SnO<sub>2</sub>@GO

Muestra	D	G	Eg	B2g
1GO	1348.814	1602.872	483.362	632.788
2.5GO	1348.814	1595.651	483.362	632.788
5GO	1348.814	1602.872	483.362	632.788
10GO	1346.333	1610.277	483.362	632.788
GO	1348.814	1588.423	N/A	N/A

### 6.3.5. XPS

Los espectros XPS se realizaron en el Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnologías con el equipo de la Figura 22, para estudiar la composición química y el estado de valencia de la superficie de los 4 nanomateriales de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$  en polvo.

Los espectros medidos se descompusieron en componentes gaussianos con antecedentes de Shirley usando Origin 2024. La Figura 48 muestra los espectros de C1s, Sn 3d y O 1s del polvo de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$ , respectivamente. La Figura 49E de Sn3d muestra los espectros XPS simétricos de alta resolución, en donde los picos de división del doblete clásico  $3\text{d}_3/2 - 3\text{d}_5/2$  da un valor en promedio de 495.18 y 486.7325 eV se pueden asignar a la red de estaño en  $\text{SnO}_2$ .

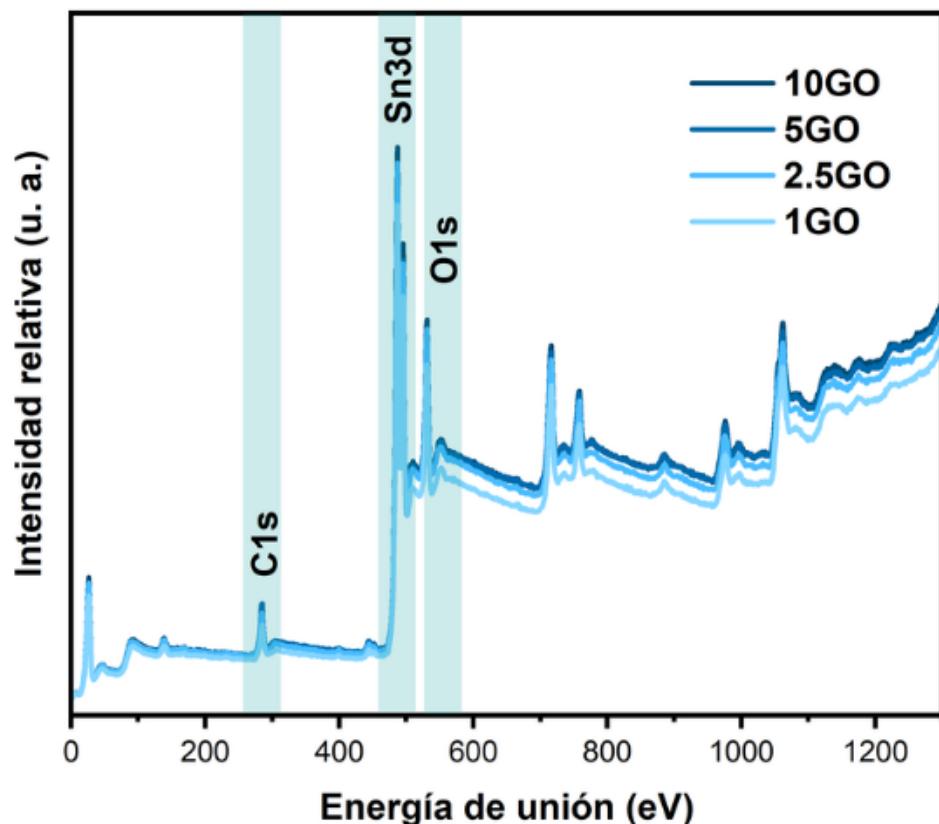


Figura 48: Espectro de XPS de los cuatro catalizadores decorados de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$ .

Los 8,4475 eV de la diferencia de energía entre Sn 3d5/2 y Sn 3d3/2 están en buen estado de acuerdo con la división de energía reportada para SnO<sub>2</sub>. El pico de Sn 3d5/2 es muy consistente con los datos estándar de SnO<sub>2</sub> (486,70 eV), lo que indica que el Sn está presente en un estado químico de +4.

El espectro XPS de escaneo estrecho de los O1s demuestra las características amplias y asimétricas, lo que sugiere varias coordinaciones de oxígeno en las nanopartículas. El pico de O1s, que se observa en la Figura 49F, se puede convertir cuidadosamente en tres picos simétricos ubicados en 530.76, 532.28 y 533.536 eV respectivamente, lo que indica la presencia de tres tipos de especies de oxígeno en las nanohojas.

El pico centrado en 530,725 eV se asigna a iones de oxígeno en la roja cristalina de SnO<sub>2</sub> (red de O) en condiciones estequiométricas completamente oxidadas. Los picos ubicados en 532,280 eV se pueden atribuir al oxígeno defectuoso causado por la vacante de oxígeno (VO), el oxígeno intersticial (O<sub>i</sub>) y el antisitio de oxígeno (OSn), lo que sugiere una alta concentración de huecos dentro de la región con deficiencia de oxígeno. Esos agujeros pueden favorecer la absorción de oxígeno de la atmósfera.

El pico ubicado en 533,556 eV proviene de las especies Ox absorbidas (iones O u O<sub>2</sub>), lo que indica que especies ricas en oxígeno se adsorbió en la superficie de las nanohojas de SnO<sub>2</sub>. Por lo tanto, el aumento de iones de oxígeno adsorbidos puede promover la fotocatálisis del SnO<sub>2</sub>@GO.

El pico C1s Figura 49D, se subdividió en cuatro picos individuales después del ajuste del pico principal. Se observó que los picos a 284, 286, 287 y 288 eV correspondían a C-C=C, C-O, C=O y O-C=O, respectivamente, como se muestra en un estudio anterior. Estos resultados revelan que el GO tenía un grupo de oxígeno residual.

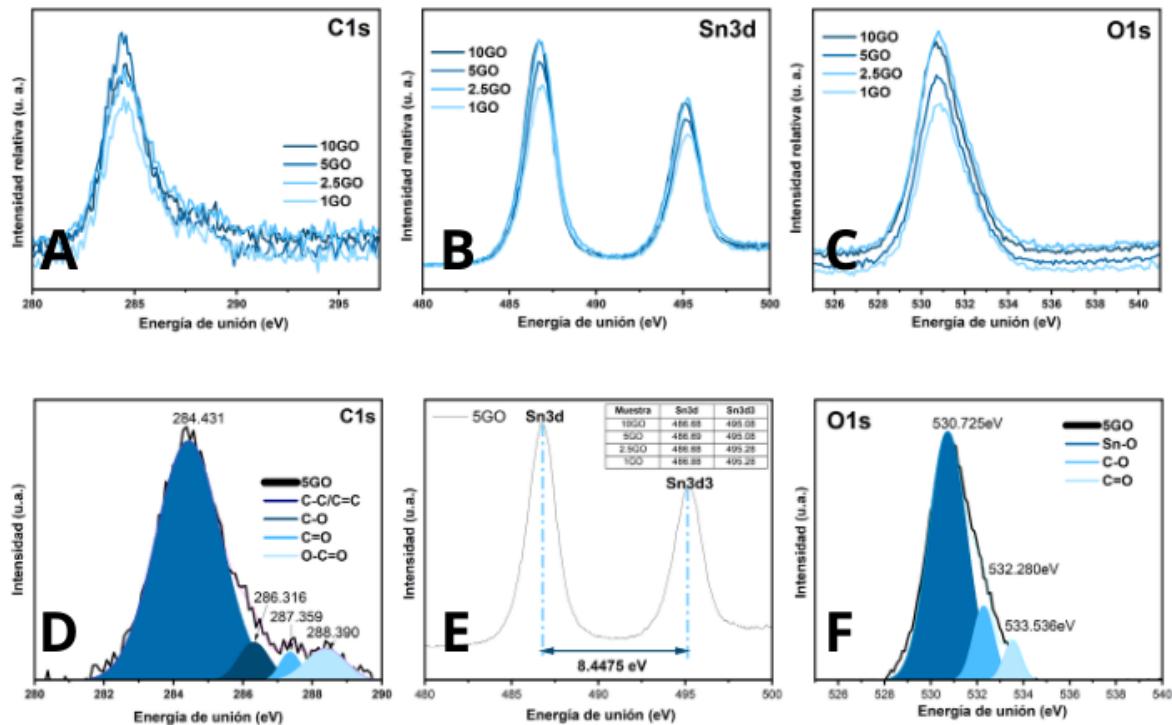


Figura 49: Espectro de XPS de los cuatro catalizadores decorados de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$ .

### 6.3.6. SEM

En la microscopía electrónica de barrido del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño para las cuatro muestras: 10GO, 5GO, 2.5GO Y 1GO, de la Figura 50. Destaca la imagen del catalizador de 10GO, debido a que se visualizan las nanoesferas del semiconductor de  $\text{SnO}_2$  sobre las capas de GO que se distinguen más oscuras. La imagen muestra cómo el GO evita que se aglomeren las nanoesferas para que exista una mayor área superficial que esté en contacto con el colorante. Los otros catalizadores no presentan las nanoesferas debido a que eran poco GO y solo se distinguen aglomeraciones del  $\text{SnO}_2$ , que forman cúmulos de distintas dimensiones. Estos cúmulos aparecen como regiones brillantes debido a su naturaleza metálica y densa, en contraste con el GO, que se manifiesta como áreas más oscuras y dispersas.

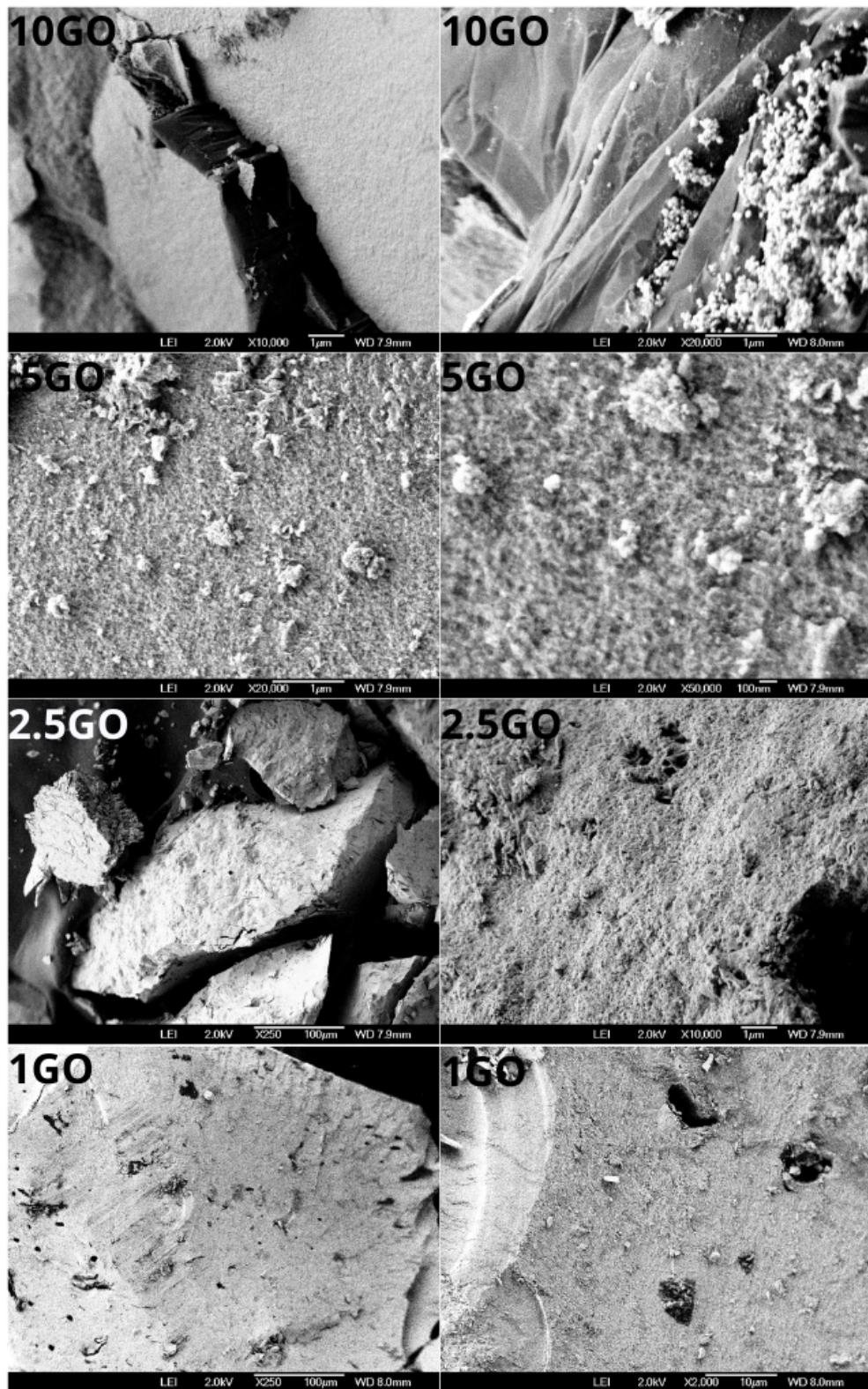


Figura 50: Microscopia electrónica de barrido del óxido de grafeno decorado con dióxido de estaño para las cuatro muestras: 10GO, 5GO, 2.5GO Y 1GO.

## 6.4. Discusión y análisis de resultados del ZnO

Una vez obtenidos, los catalizadores en polvo se caracterizarán por DRX, UV-vis y RAMAN, para identificar sus características fotocatalíticas como menor banda ancha, el de tamaño cristalino más pequeño y el de mayor presencia de grupos funcionales oxigenados.

### 6.4.1. DRX

Todas las muestras de ZnO se caracterizaron con la técnica de difracción de rayos x con el equipo del CICQS Difractómetro de rayos X Bruker D8 Advance LinxEye, con condiciones de 2 de 20° a 80°, 30 kV, 25 mA, 0.03°/paso, 0.3 s/paso. Fuente de rayos X: Tubo de descarga con ánodo de cobre ( $K_1 = 0.1540 \text{ \AA}$ ). El tipo de detector fue unidimensional (LinxEye fast speed) con área activa de 14 mm x 16 mm y eficiencia del 0.98.

Para el estudio de un semiconductor que funcione como fotocatalizador capaz de acelerar la reacción se replicó la investigación de óxido de zinc (ZnO) por síntesis hidrotermal, donde se utilizó como precursor el  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  y con una variación en el reductor NaOH, dependiendo el pH alcalino del 9 al 13. Para el uso de la autoclave se siguió la metodología para las 4 muestras etiquetadas como A, B, C, D y E, todas las muestras sometidas a las mismas condiciones de temperatura y tiempo de 120 °C por 4.5 h.

Para describir las cinco muestras de ZnO de la Figura 59 sintetizadas bajo valores de 13, 12, 11, 10 y 9 de pH, con tamaños promedio de cristal de 28.565 nm, 27.178 nm, 21.415 nm, 37.004 nm y 31.073 nm respecto a la Tabla 19, podemos hacer una interpretación del efecto del pH en el tamaño de cristal y las posibles características estructurales que se observan a través de técnicas como Difracción de Rayos X (DRX) para identificar la muestra de ZnO con el tamaño de cristal más pequeño para decorar el GO.

Con ayuda del software Origin 2023, se graficaron los espectros de DRX del ZnO y se calculó con la ecuación 3 de Scherrer el tamaño promedio de los cristalitos con los tres picos característicos que se encuentran en los índices de Miller (100), (002) y (101) de acuerdo a la carta cristalográfica JCPDS 00-0079-2205, que corresponde al óxido de zinc con una estructura cristalina de wurtzita.

Se puede distinguir que a medida que se disminuye el pH de 13 a 9 en la Tabla 19, se observa una variabilidad en el tamaño de cristal, lo que refleja cómo las condiciones de síntesis, en especial la concentración de iones OH, afectan tanto la nucleación como el crecimiento de los cristales de ZnO.

El ancho de los picos de DRX debería correlacionarse con el tamaño de cristal. Los materiales con tamaños de cristal más pequeños (como en pH 11) tendrán picos más anchos, mientras que los de mayor tamaño de cristal (como en pH 10) tendrán picos más estrechos [59]. Los tamaños de cristal más pequeños a pH 11 sugieren la presencia de más defectos estructurales, mientras que los tamaños de cristal más grandes en pH 10 y 9 indican una mejor cristalinidad y menor cantidad de defectos.

Las muestras sintetizadas bajo diferentes pH presentan una variabilidad en el tamaño del cristal, con tamaños menores a pH 11 (21.415 nm) y mayores a pH 10 (37.004 nm). A medida que el pH disminuye, el crecimiento cristalino parece estar influenciado por la cantidad de iones OH, lo que afecta tanto la nucleación como el crecimiento. Los tamaños de cristal mayores (en pH 10 y 9) indican alta cristalinidad, mientras que los tamaños más pequeños (en pH 11) sugieren la presencia de defectos y menor orden estructural.

Se elegiría un pH de 11 para la fotocatálisis porque proporciona un tamaño de cristal más pequeño y, por lo tanto, una mayor área superficial para reacciones fotocatalíticas, mejora la generación de radicales hidroxilo, y mantiene la estabilidad estructural del ZnO en un medio ligeramente alcalino. Además, este pH favorece la adsorción de ciertos contaminantes y permite que el ZnO conserve su capacidad catalítica sin comprometer su integridad durante el proceso fotocatalítico.

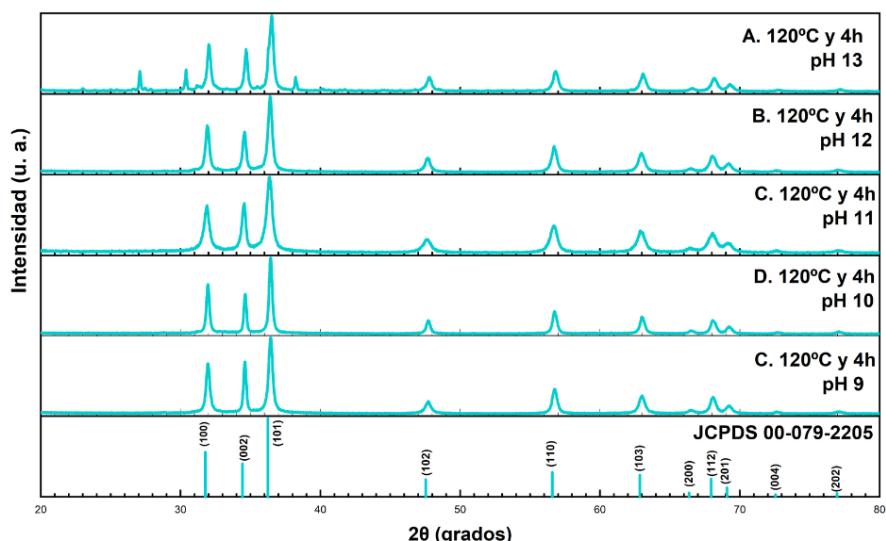


Figura 51: Patrón de difracción de rayos x del óxido de zinc variando valores de pH de 9 a 13.

Tabla 19: Resultados de diferentes muestras con sus correspondientes picos, posiciones, FWHM, tamaños y promedios.

Muestra	Picos	Posición (x)	FWHM	Tamaño (nm)	Promedio (nm)
<b>13pH</b>	(100)	32.029	0.281	31.24	<b>28.565</b>
	(002)	34.683	0.269	32.94	
	(101)	36.479	0.404	21.52	
<b>12pH</b>	(100)	31.920	0.324	26.87	<b>27.178</b>
	(002)	34.560	0.294	29.93	
	(101)	36.402	0.354	24.73	
<b>11pH</b>	(100)	31.866	0.449	19.04	<b>21.415</b>
	(002)	34.521	0.327	26.78	
	(101)	36.354	0.468	18.43	
<b>10pH</b>	(100)	31.952	0.249	35.67	<b>37.004</b>
	(002)	34.614	0.218	41.44	
	(101)	36.439	0.263	33.90	
<b>9pH</b>	(100)	31.956	0.305	28.65	<b>31.073</b>
	(002)	34.595	0.232	38.65	
	(101)	36.437	0.339	25.92	

En un análisis de DRX, en donde se experimentó con 3 valores de temperatura ideal para un pH de 11 y un tiempo a 4.5 horas, previamente determinados, el tamaño del cristal afecta el ancho de los picos de difracción, lo cual está relacionado con la fórmula de Scherrer [59], que establece que cuanto mayor sea el tamaño del cristal, más estrechos serán los picos de difracción. Se eligió el catalizador de 140ZnO con un tamaño promedio de cristal de 22.240 nm, este material presenta el tamaño de cristal más pequeño de los tres.

En el espectro de DRX de la Figura 52, los picos se calcularon con la ecuación de Scherrer de la ecuación 3 y que están presentes en la Tabla 20 de difracción serán relativamente anchos debido al efecto de tamaño de cristal pequeño, lo que indica la presencia de dominios cristalinos pequeños o partículas con alta superficie específica. Un tamaño de cristal de 22.240 nm puede indicar que este material fue sintetizado a temperaturas de 140 °C por 4.5 horas y con un pH de 11, resultando en cristales más pequeños. Esto puede mejorar propiedades fotocatalíticas, ya que los cristales pequeños tienden a tener mayor área superficial.

El material de 120ZnO con un tamaño de cristal de 23.31 nm, es ligeramente mayor que el del primer material. En el espectro de DRX, los picos de difracción serán ligeramente más estrechos en comparación con los del material de 22.240 nm, pero no tanto como los del material más grande. Esto indica una leve mejoría en el orden cristalino, aunque aún se

trata de cristales pequeños.

Un tamaño de cristal de 23.31 nm puede estar asociado con una disminución en la temperatura de 120 °C, lo que permitió el crecimiento de cristales ligeramente más grandes. Este tamaño intermedio podría ofrecer un equilibrio entre actividad y estabilidad en aplicaciones catalíticas o electrónicas.

El material de 100ZnO con un tamaño de cristal de 28.46 nm, tiene el mayor tamaño de cristal de los tres, con 28.46 nm. En el espectro de DRX, los picos de difracción serán los más estrechos, lo que indica la presencia de cristales más grandes y bien definidos. La estrechez de los picos es un signo de alta cristalinidad y menor cantidad de defectos estructurales.

Un tamaño de cristal de 28.46 nm sugiere que a menores temperaturas se favorecen el crecimiento cristalino. Cristales más grandes tienden a ser más estables, pero con menor área superficial, lo que puede afectar la reactividad en ciertos contextos, como en la fotocatálisis.

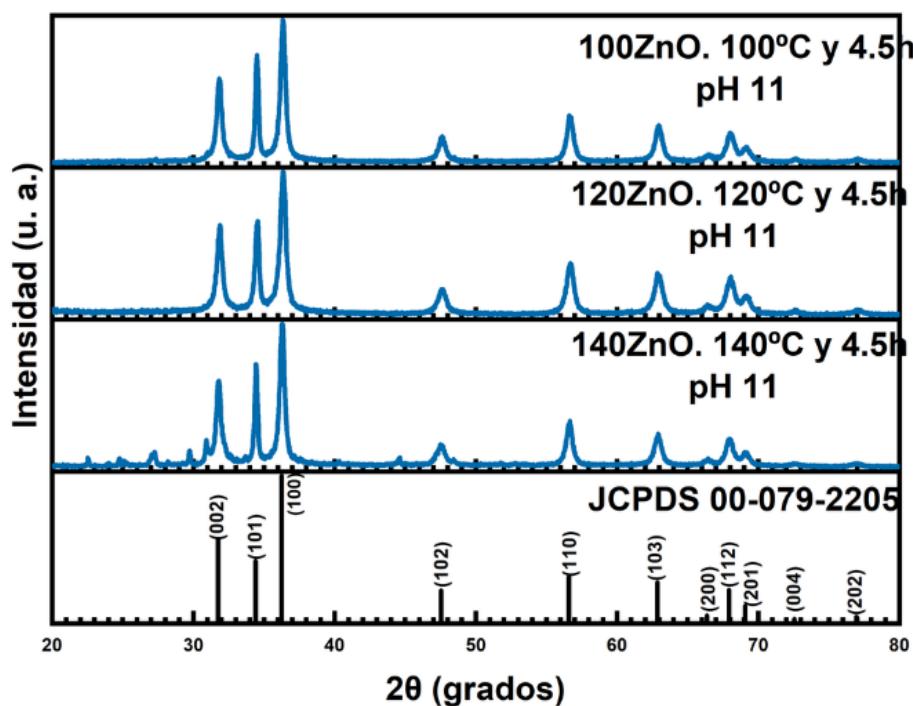


Figura 52: Patrón de difracción de rayos X del óxido de zinc variando valores de temperatura para un tiempo de 4.5 h.

Tabla 20: Resultados de la variación en temperatura de muestras de ZnO con sus correspondientes picos, posiciones, FWHM, tamaños y promedios.

Muestra	Picos	Posición (x)	FWHM	Tamaño(nm)	Promedio (nm)
140ZnO	(100)	31,808	$3,24E + 01$	0,25	22,240
	(002)	34,441	0,243	42,41	
	(101)	36,304	0,393	24,06	
120ZnO	(100)	31,866	0,449	20,46	23,31
	(002)	34,521	0,326	29,73	
	(101)	36,354	0,469	19,73	
100ZnO	(100)	31,841	0,408	22,79	28,46
	(002)	34,504	0,253	40,35	
	(101)	36,350	0,421	22,23	

#### 6.4.2. UV-vis

Para describir las tres muestras de variación de temperatura del material de ZnO de la Figura 53 con bandgaps de 2.6 eV, 2.261 eV y 2.2 eV en términos de su comportamiento en espectroscopia UV-Vis, la clave de su análisis está en cómo la reducción del bandgap afecta la absorción de luz, desplazando la absorción hacia la región visible.

A medida que el bandgap disminuye de 2.6 eV a 2.2 eV, el material absorberá luz con longitudes de onda progresivamente mayores. Esto implica que el ZnO se vuelve sensible a la luz visible de menor energía, en lugar de estar limitado principalmente a la luz ultravioleta, como lo estaría el ZnO puro con un bandgap típico de 3.36 eV [33].

En el caso del bandgap de 2.6 eV, la absorción ocurre aproximadamente a 477 nm, en la porción azul del espectro visible; los 2.261 eV, en donde la absorción ocurre aproximadamente a 548 nm, en la región verde del espectro visible; en el caso de un valor de 2.2 eV, la absorción ocurre aproximadamente a 563 nm, ya entrando en la parte amarilla del espectro visible.

En un espectro UV-Vis, estos materiales mostrarían una absorción significativa en la región visible, con un borde de absorción que se desplaza hacia longitudes de onda más largas (menores energías) en comparación con el ZnO puro (bandgap 3.3 eV), lo que es crítico para aplicaciones como la degradación fotocatalítica de contaminantes.

La reducción del bandgap en ZnO puede deberse a la introducción de defectos estructurales, dopaje con otros elementos, o la formación de compuestos con otros materiales. Estos factores alteran la estructura electrónica, permitiendo que el material absorba luz de

menor energía.

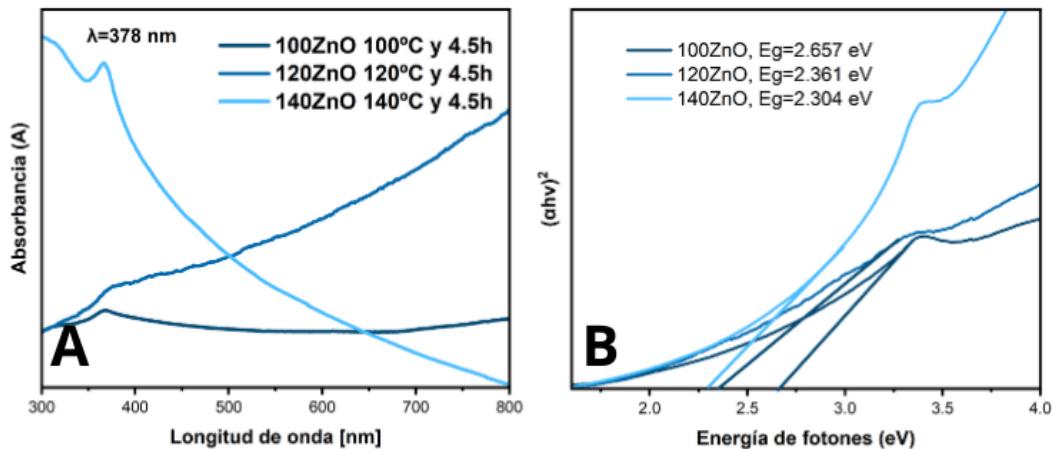


Figura 53: A, espectro de absorbancia en UV del óxido de zinc, variando la temperatura de 100 °C a 140 °C. B, el cálculo del Band Gap por el método de Tauc Plot.

#### 6.4.3. RAMAN

En las bandas RAMAN características del ZnO de la Figura 54 y con modos fónicos de la Tabla 21, el pico alrededor de  $500 \text{ cm}^{-1}$  es característico de las vibraciones de los enlaces Zn-O en la red cristalina. Específicamente, este pico puede corresponder a los modos vibracionales  $E_2$ , los cuales están asociados con las vibraciones no polarizadas de los átomos de oxígeno en la estructura hexagonal del ZnO.

El modo vibracional  $A_1(\text{TO})$ , es un modo transversal óptico, está relacionado con las vibraciones de los átomos de zinc y oxígeno, típicos de la estructura de wurtzita del ZnO. Este pico es una señal clave de la integridad estructural y la fase cristalina del ZnO, que generalmente es de tipo wurtzita en condiciones normales.

Los picos secundarios podrían deberse a moléculas de agua, modos armónicos o a efectos de combinación en el material, lo que sugiere posibles distorsiones o irregularidades en la red cristalina del ZnO.

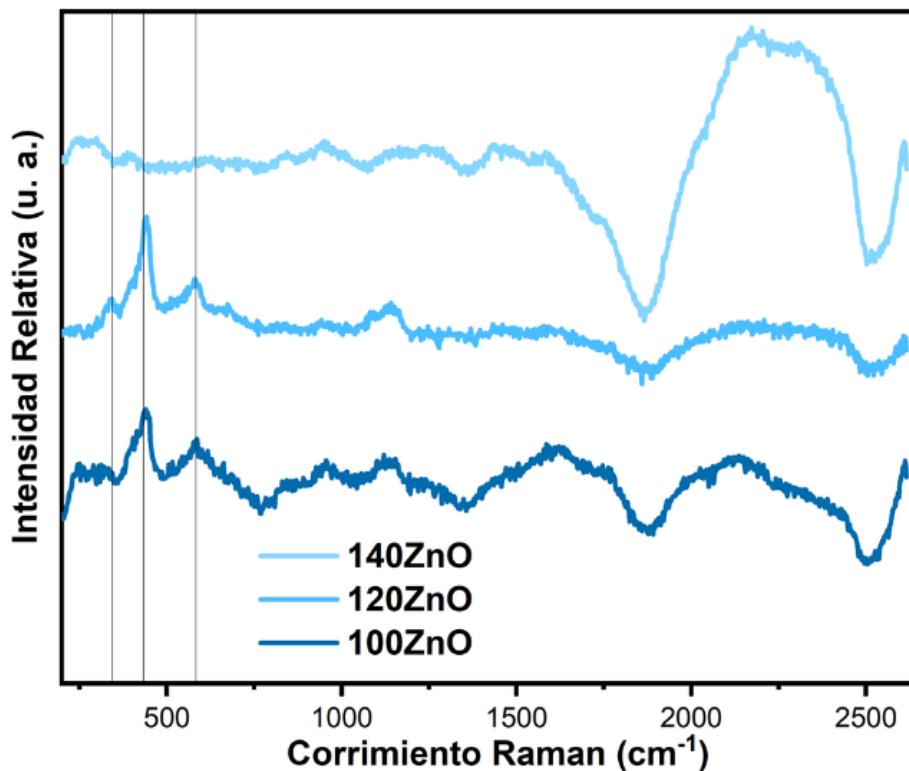


Figura 54: Espectro RAMAN del óxido de zinc a diferentes condiciones de temperatura.

Tabla 21: Modos fononicos para diferentes muestras de ZnO.

Muestra	$E_{2(\text{high})}$ (cm $^{-1}$ )	$E_2$ (cm $^{-1}$ )	$A_{1(\text{LO})}$ (cm $^{-1}$ )
140ZnO	330	416	583
120ZnO	330	416	583
100ZnO	330	416	583

## 6.5. Discusión y análisis de resultados del ZnO@GO

Se repetirá la metodología del ZnO de acuerdo al material con mejores condiciones de tiempo, pH y temperatura para los catalizadores decorados de ZnO@GO, para luego experimentar con diferentes concentraciones de precursor para molaridades de 0.1, 0.2, 0.4 y 1 M se llevará a pruebas de caracterización de DRX, UV-vis, y Raman para identificar sus características fotocatalíticas y ponerlos a prueba ante los colorantes de AM y R6G.

### 6.5.1. DRX

A partir de los resultados de la Tabla 20, se eligió la muestra sometida a 140 °C, por 4.5 horas, a un pH de 11, para decorar el GO, variando la concentración del precursor, lo que nos dio los resultados de la Tabla 22. Las tres muestras de ZnO@GO de la Figura 55, con diferentes concentraciones de ZnO muestran tamaños cristalinos promedio bastante similares, con valores en torno a 23.569-23.797 nm.

Aunque hay una ligera variación en el tamaño de cristal con la concentración de ZnO, el tamaño se mantiene relativamente constante en el rango de 0.1, 0.05 y 0.025 M. Esto podría indicar que la síntesis ha alcanzado un equilibrio en el tamaño de cristal bajo las condiciones establecidas, con la presencia de GO y las condiciones de pH, temperatura, y tiempo de autoclave teniendo un papel significativo en el resultado final.

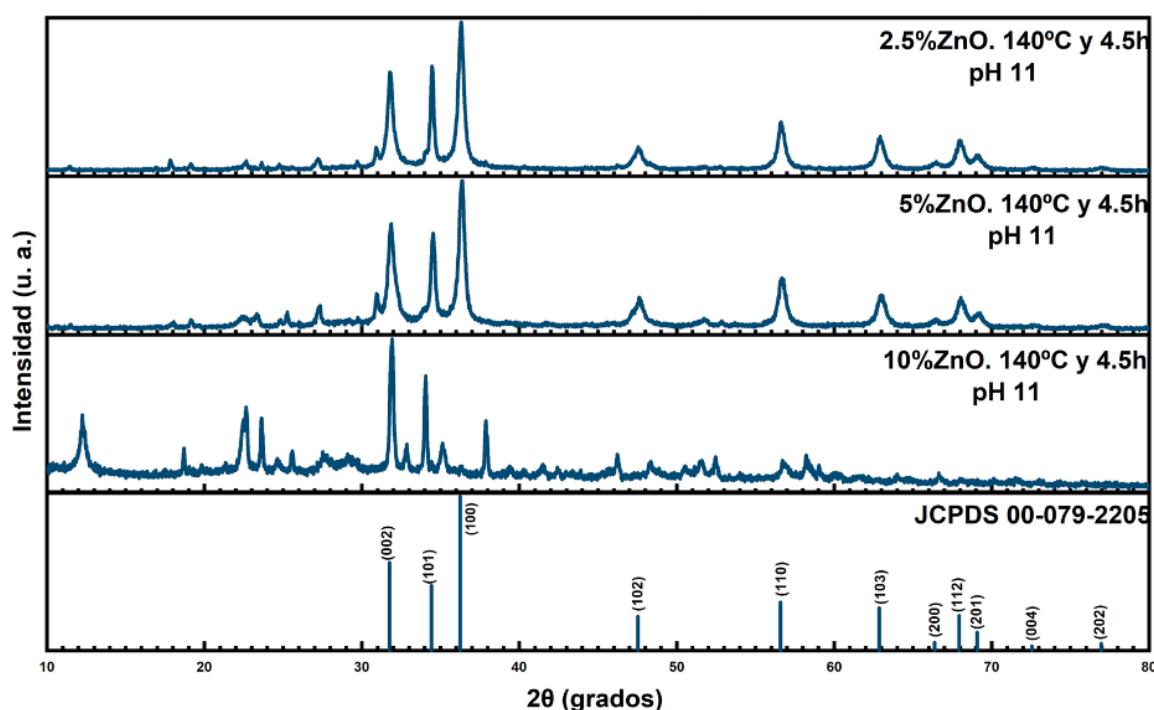


Figura 55: Patrón de difracción de rayos x del óxido de grafeno decorado con óxido de zinc variando valores de concentración en el precursor del ZnO.

Tabla 22: Resultados de la variación de precursor de muestras de ZnO@GO con sus correspondientes picos, posiciones, FWHM, tamaños y promedios.

Muestra	Picos	Posición (x)	FWHM	Tamaño(nm)	Promedio (nm)
10 %ZnO	(100)	31,788	0,418	19,50	23,797
	(002)	34,467	0,249	32,91	
	(101)	36,303	0,435	18,98	
5 %ZnO	(100)	31,869	0,494	18,39	23,569
	(002)	3,45E + 01	0,312	31,29	
	(101)	36,385	0,443	21,03	
2,5 %ZnO	(100)	31,869	0,494	18,39	23,569
	(002)	3,45E + 01	0,312	31,29	
	(101)	36,3859	0,443	21,03	

### 6.5.2. UV-vis

La incorporación de óxido de grafeno (GO) altera la estructura electrónica del ZnO, generalmente disminuyendo el bandgap y facilitando la absorción en la región visible. Un bandgap de 2.6 eV absorbe luz aproximadamente en 477 nm y un bandgap de 2.4 eV absorbe a 516 nm. Estas longitudes de onda caen dentro del espectro visible, lo que significa que estos materiales absorberían luz visible de baja energía, algo que el ZnO puro no puede hacer.

En el espectro UV-Vis, verás un borde de absorción desplazado hacia el rojo (hacia mayores longitudes de onda), comparado con el ZnO puro. Este desplazamiento a menores energías (mayores longitudes de onda) sugiere un material más eficaz bajo iluminación visible, lo que es ventajoso para aplicaciones fotocatalíticas.

La reducción del bandgap con la adición de GO implica que el material puede ser excitado con luz de menor energía. Esto mejora su capacidad para captar la luz en la región visible, lo cual es clave para aplicaciones que buscan aprovechar la luz solar o luz artificial en el rango visible, como la degradación fotocatalítica de contaminantes.

ZnO@GO (2.4 eV), con un bandgap más pequeño que ZnO@GO (2.6 eV), absorberá una mayor porción de luz visible, aumentando la eficiencia en la fotocatálisis bajo luz visible. Un bandgap de 3.3 eV es típico de ZnO puro de acuerdo a la literatura, pero se obtuvo un valor de 2.304 eV, lo que significa que absorberá principalmente en la región visible.

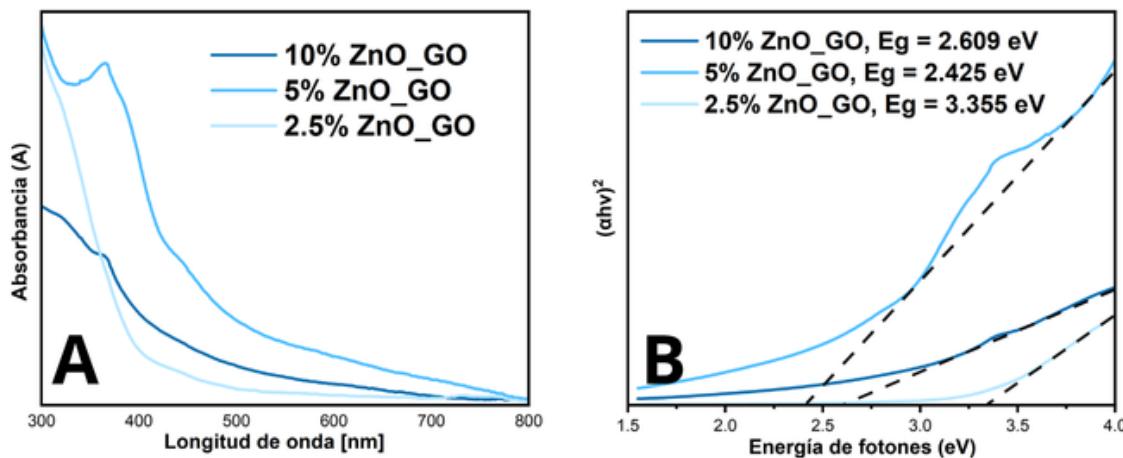


Figura 56: A, espectro de absorbancia en UV del óxido de grafeno decorado con óxido de zinc en sus 4 diferentes concentraciones de precursor para el ZnO. B, el cálculo del Band Gap por el método de Tauc Plot.

### 6.5.3. RAMAN

Pico cerca de  $1350\text{ cm}^{-1}$  (Modo D), está relacionado con el modo D en materiales basados en carbono, como el óxido de grafeno (GO) o el grafeno. El modo D surge de las vibraciones de los átomos de carbono en posiciones defectuosas o desordenadas dentro de la red de grafeno. En el caso de ZnO@GO, este pico indica la presencia de defectos o dislocaciones en las hojas de grafeno debido a la funcionalización con grupos oxigenados (en el GO) o debido a la interacción con el ZnO.

El modo D está asociado con la ruptura de la simetría de los átomos de carbono, lo que es común en materiales como el óxido de grafeno debido a la oxidación de las hojas de grafeno. Pico cerca de  $1580\text{ cm}^{-1}$  (Modo G), es otro pico característico de los materiales basados en carbono y está relacionado con el estiramiento de los enlaces C-C en las hojas de grafeno. Este modo es común tanto en el grafeno puro como en el óxido de grafeno, y se mantiene presente cuando el óxido de grafeno se reduce.

En el espectro de ZnO@GO, el modo G refleja la vibración de los enlaces carbono-carbono dentro de la estructura de óxido de grafeno, indicando una buena organización estructural dentro de las hojas de grafeno, a pesar de la presencia de defectos que generan el modo D. Este pico indica la preservación de la estructura hexagonal del carbono, incluso

con la incorporación de ZnO.

La relación entre la intensidad de los picos D y G (ID/IG) es un indicador importante del grado de defectos y el nivel de desorden estructural en el óxido de grafeno.

Si la intensidad del modo D es mayor o comparable a la del modo G, esto indica un alto grado de defectos en el óxido de grafeno, lo que podría ser consecuencia de una fuerte funcionalización con grupos oxigenados o una interacción significativa entre el ZnO y el GO. En ZnO@GO, la presencia de picos D y G muestra la integración efectiva del GO en el compuesto, lo que podría mejorar las propiedades del material, como su capacidad photocatalítica o conductividad.

Aunque el ZnO no tiene picos Raman en esta región ( $1200\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$ ), la presencia de óxido de grafeno (GO) en el compuesto ZnO@GO aporta estos picos característicos del carbono. La interacción entre ZnO y GO puede afectar la posición y la intensidad de los picos, ya que la unión de ZnO a las hojas de GO puede inducir tensiones o distorsiones en la estructura del carbono, lo que altera los picos D y G. Un aumento en la intensidad del modo D sugiere una mayor cantidad de defectos en el GO debido a la funcionalización con ZnO.

En un espectro Raman de ZnO@GO, los picos entre  $1200\text{ cm}^{-1}$  y  $1600\text{ cm}^{-1}$  están dominados por las vibraciones del carbono en el óxido de grafeno. El pico en  $1350\text{ cm}^{-1}$  corresponde al modo D, que indica la presencia de defectos en el carbono, mientras que el pico en  $1580\text{ cm}^{-1}$  corresponde al modo G, que refleja las vibraciones de los enlaces C-C. La relación entre los modos D y G proporciona información sobre el grado de desorden en el GO y cómo está influenciado por la incorporación del ZnO.

Tabla 23: Bandas Raman del decorado de ZnO@GO, de ZnO y GO.

Muestra	D	G	$E_2$	$A_1(\text{TO})$
10ZnO	1328.94	1590.83	442.17	353.65
5ZnO	1333.91	1590.83	442.17	353.65
2.5ZnO	1326.46	1588.42	442.17	353.65
ZnO	N/A	N/A	442.17	353.65
GO	1346.33	1588.42	N/A	N/A

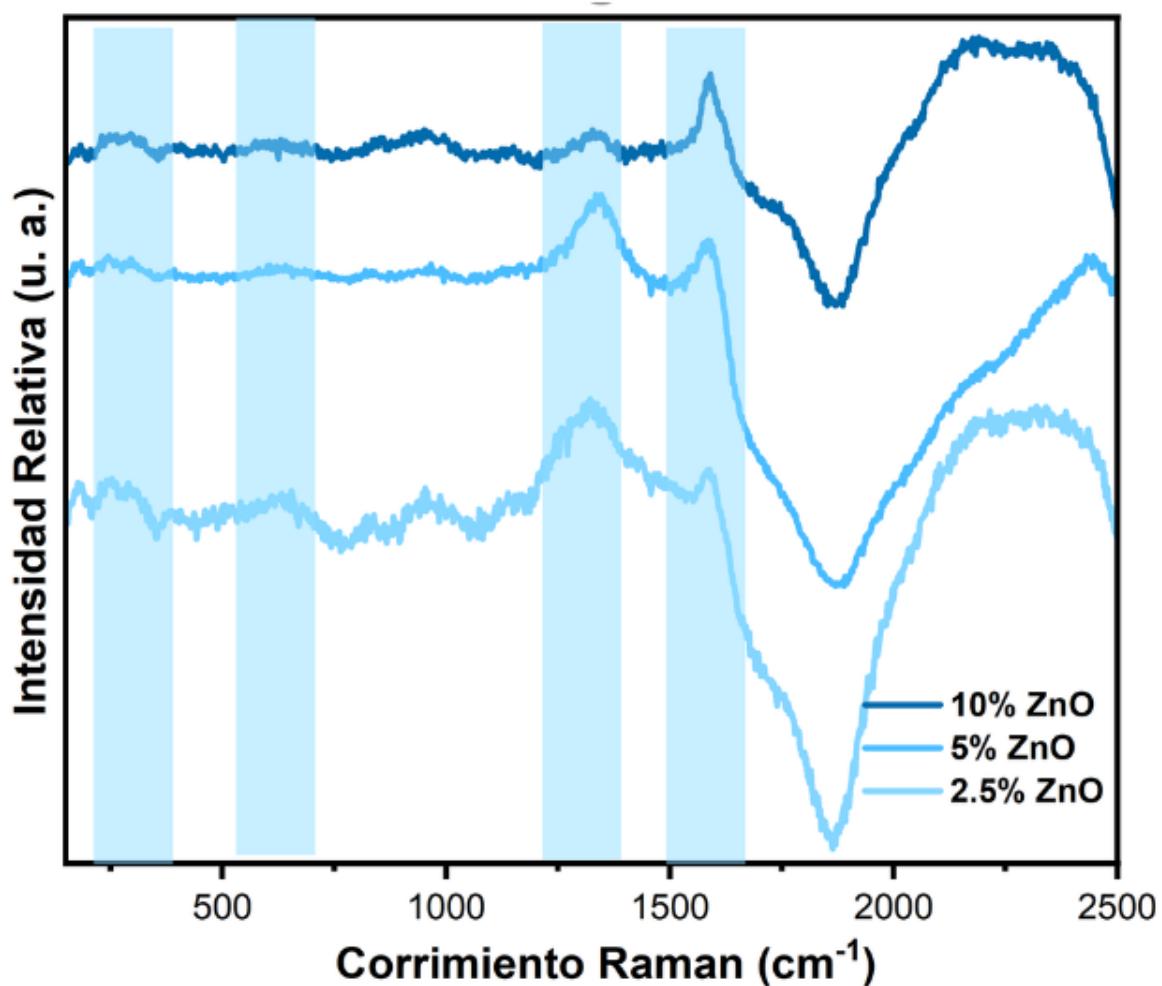


Figura 57: Espectro RAMAN del óxido de grafeno decorado con óxido de zinc a diferentes concentraciones de precursor en el óxido de zinc.

## 7. Pruebas Fotocatálíticas

Después de haber pasado por el contexto de metodología y caracterización para encontrar las mejores condiciones ideales de síntesis para cada catalizador en esta investigación, llega la parte práctica a nivel experimental, las pruebas fotocatálíticas.

Una vez caracterizados los catalizadores de GO, SnO<sub>2</sub>, SnO<sub>2</sub>@GO, ZnO, ZnO@GO, se procederá a someterlos a pruebas en oscuro y con lámpara UV-C para la degradación de neutro colorantes de R6G y AM.

A los resultados de absorbancia se les calculó la constante de velocidad de reacción en condiciones de oscuro y con radiación UV, y de acuerdo a la pendiente más vertical será el catalizador con mayor porcentaje de degradación que se obtiene al seguir la metodología de este escrito.

Para calcular la pendiente de degradación de cada catalizador en el colorantes respectivos se utilizo el modelado de Bohart y Adams, que nos explica que la velocidad de adsorción es proporcional a la capacidad de adsorción del carbón activado. Para describir el comportamiento gráficamente hasta alcanzar el punto de ruptura, se modeló la Ecuación 44:

$$\ln \left[ \frac{C_o}{C} \right] = kt \quad (44)$$

Donde C<sub>0</sub> es la concentración en el tiempo igual a cero, C es la concentración en el tiempo (t), y k es la constante de velocidad de reacción [67]. Entre mas vertical este la pendiente mas degradada a diferencia de las pendientes horizontales.

El porcentaje de degradación se calcula con la Ecuación 45 y nos da los valores de las Tablas 24, 25, 27, 28.

$$Degradación( \%) = \left[ \left( \frac{C_0 - C_t}{C_0} \right) \right] \times 100 \quad (45)$$

Donde C<sub>0</sub> representa la absorbancia antes de la irradiación y C<sub>t</sub> indica la absorbancia durante toda la irradiación [55]. A continuación se escriben los resultados de los catalizadores en la fotocatalisis.

## 7.1. Pruebas Fotocatalíticas para el SnO<sub>2</sub>@GO

En este contexto se experimentó con los cuatro catalizadores decorados de SnO<sub>2</sub>@GO, SnO<sub>2</sub>, GO, y alícuotas de los colorantes de R6G y AM, en pruebas de 3 h en oscuro y con lámpara UV-C como en la Figura 58. Para ello se realizaron pruebas de concentración con el colorante AM y R6G para que el equipo de UV-vis (Figura 19) pudiera graficarlos correctamente.

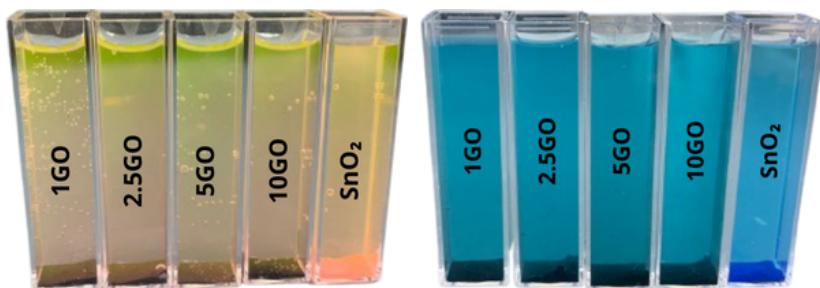


Figura 58: Aliquots of R6G and AM with decorated catalysts of SnO<sub>2</sub>@GO.

El mecanismo de la actividad fotocatalítica de SnO-x/GO se basa en la excitación de electrones desde la banda de valencia (VB) a la banda de conducción (CB) al absorber energía fotónica (Eg). Estos electrones excitados son transferidos hacia la estructura laminar del óxido de grafeno (GO), reduciendo la recombinación de pares electrón-hueco y mejorando la eficiencia del proceso fotocatalítico.

La interacción entre GO y el O-Sn disminuye la brecha de banda, lo que permite una mayor actividad fotocatalítica en la región de luz visible. Además, la amplia área superficial específica de GO, su estructura conjugada y la presencia de numerosos grupos funcionales que contienen oxígeno proporcionan sitios de reacción ideales, favoreciendo tanto la adsorción como la carga de contaminantes orgánicos.

Durante la reacción fotocatalítica, los grupos -OH presentes en GO juegan un papel crucial al capturar huecos fotogenerados y transformarse en radicales hidroxilo (OH·), los cuales se caracterizan por ser altamente reactivos y responsables de la degradación de moléculas orgánicas. Al mismo tiempo, los electrones excitados reaccionan con moléculas de oxígeno para formar radical superóxido (O<sub>2</sub>·), que también contribuyen a la mineralización de diversos contaminantes orgánicos. Estas características combinadas hacen que el material híbrido SnO-x/GO sea altamente eficiente para la fotocatálisis, especialmente en condiciones de luz visible, maximizando la eliminación de contaminantes.

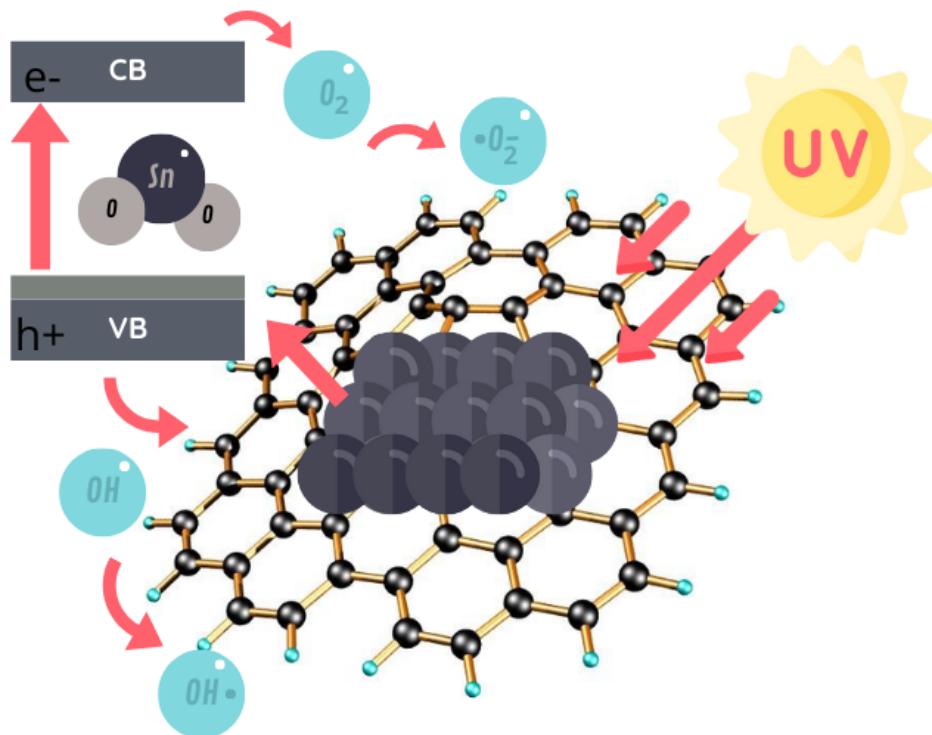


Figura 59: Proceso fotocatalíticos de nanocompositos de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$ .

### 7.1.1. R6G para $\text{SnO}_2@\text{GO}$

La evaluación fotocatalítica de los seis fotocatalizadores formados por  $\text{SnO}_2@\text{GO}$ ,  $\text{SnO}_2$  y  $\text{GO}$  se realizó en alícuotas y el catalizador en polvo se agregará para posteriormente meterlo con precaución a una lámpara UV.

El colorante de Rodamina 6G en polvo se agregó en diferente concentración en agua hasta obtener un valor de 0.007 g/L, a partir de este dato se monitoreó mediante espectroscopía de absorción molecular en las regiones ultravioleta y visibles. Se tomó como punto de referencia el valor máximo del espectro característico de la R6G, en el cual se observa en el intervalo de 300 a 900 nm la banda principal de absorción ubicada a 527 nm tal como se muestra en la Figura 60.

Es pertinente mencionar que el cambio de concentración durante las reacciones fotocatalíticas se siguió mediante la disminución de la intensidad de la banda a 527 nm. La Figura 60 presenta los resultados de la curva de decoloración para la prueba de fotocatálisis llevada a cabo con la presencia del catalizador de la prueba de 5GO. En todos los casos se empleó

una cantidad de catalizador de 0.1 g en una solución acuosa de R6G a una concentración de 0.007 g/L.

La prueba de fotólisis comprobó el alta fotoestabilidad del colorante, el cual después de 180 minutos de radiación ultravioleta de alta energía (254 nm, UV-C) no mostró cambio en su concentración; por lo tanto, este hecho asegura que el proceso de degradación es debido a la influencia del catalizador.

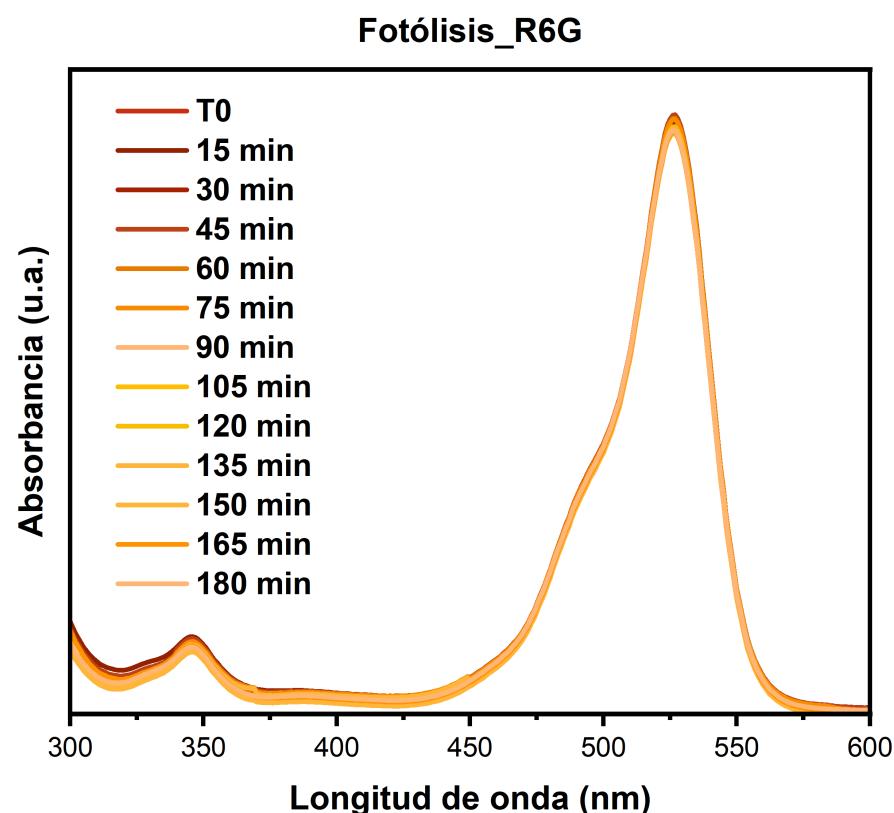


Figura 60: Espectro en UV-vis de 5GO en un alicuota de R6G.

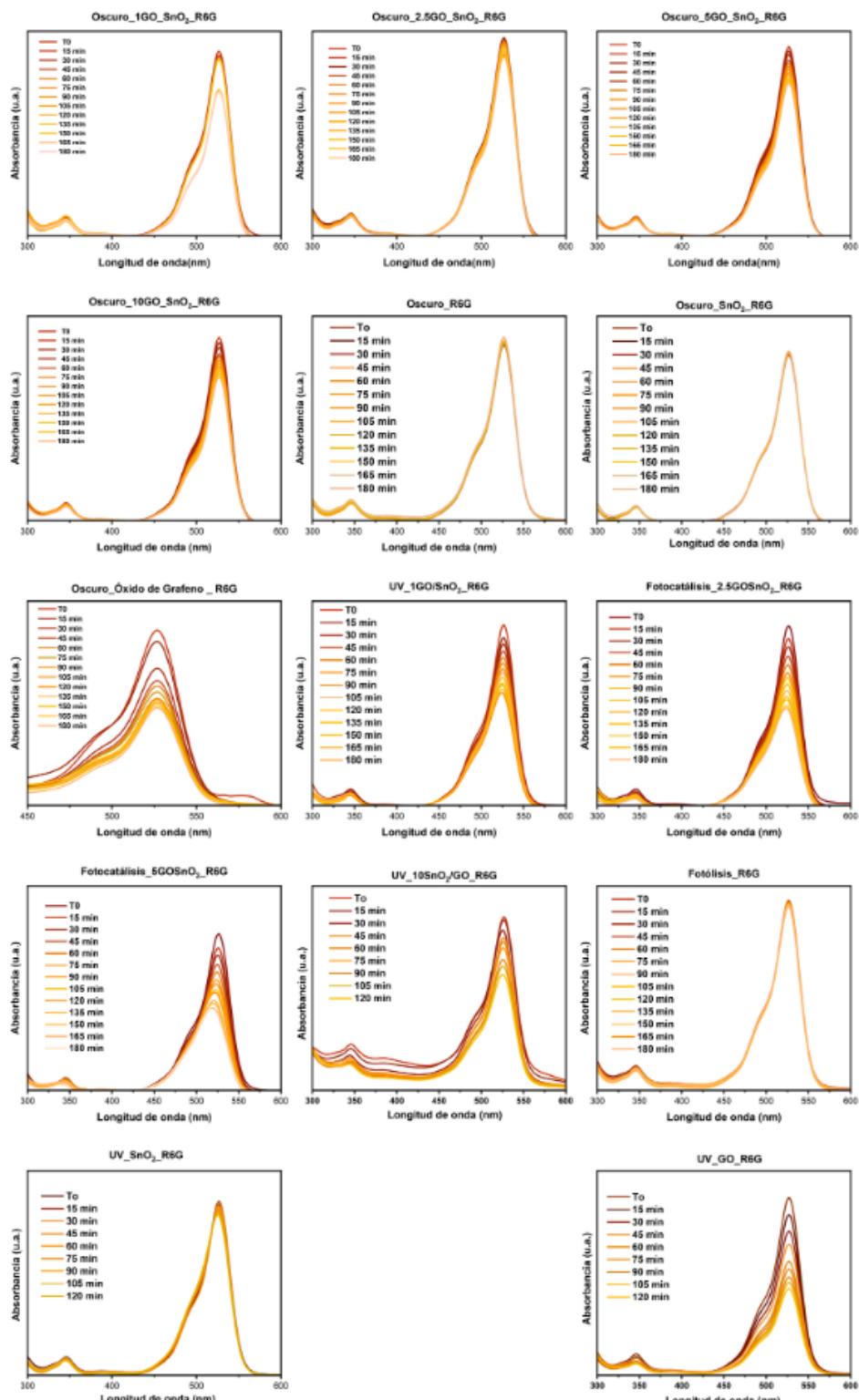


Figura 61: Pruebas en oscuro y con lampara UV de la R6G.

Las cantidades evaluadas en oscuro y con la lámpara UV-C de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$  fueron de 0.1, 0.1, 0.1 y 0.1200 g y etiquetadas como 10GO, 5GO, 2.5GO y 1GO, respectivamente. En la Figura 62 y 60 se muestran las curvas de decoloración para las diferentes cantidades de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$ ,  $\text{SnO}_2$  y GO evaluadas en la degradación de R6G.

Los porcentajes de degradación obtenidos en oscuro con la Ecuación 45 fueron de 21.65, 19.20, 9.13, 21.7, 44.36 y 14.603 % para las muestras 10GO, 5GO, 2.5GO, 1GO, GO y  $\text{SnO}_2$ , respectivamente. Los porcentajes de degradación obtenidos con la lámpara UV-C fueron de 32.41, 47.94, 45.91, 38.12, 42.56 y 24.14 % para las muestras 10GO, 5GO, 2.5GO, 1GO, GO y  $\text{SnO}_2$ , respecto a la Tabla 24.

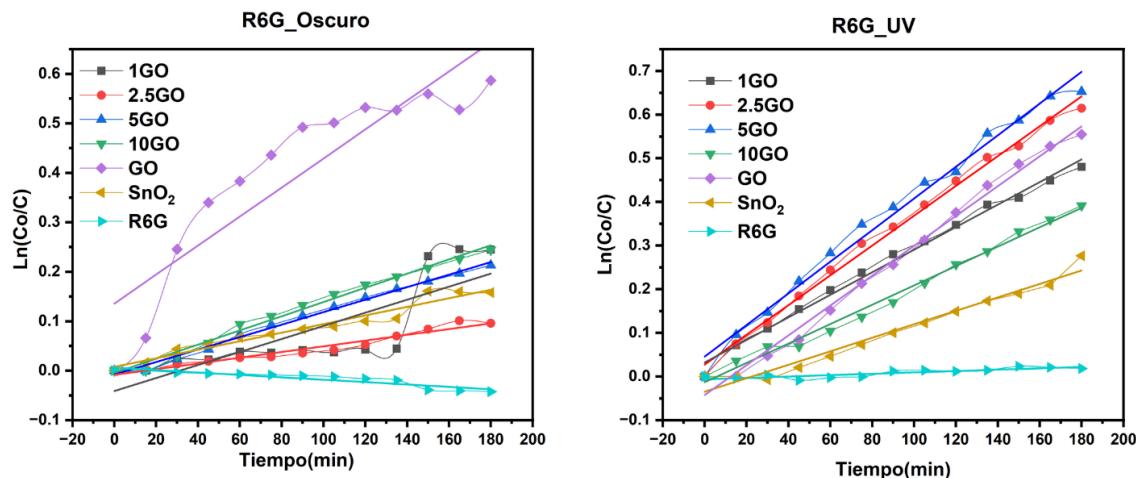


Figura 62: Curvas de decoloración de R6G utilizando diferentes cantidades de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$ .

Tabla 24: Tabla de datos de materiales y sus propiedades en oscuro y UV con la R6G.

Material	K-Oscuro	Degrado en oscuro	K-UV	Degrado en UV
1GO	0.00136	21.703	0.00267	38.1264
2.5GO	5.31958E-4	9.131	0.00341	45.9186
5GO	0.00119	19.209	0.00363	47.9431
10GO	0.00136	21.656	0.00218	32.4107
$\text{SnO}_2$	0.00326	14.603	0.00308	24.1453
GO	8.77044E-4	44.369	0.00154	42.568
R6G	-2.35837E-4	0	1.01571E-4	1.8225

La Tabla 24 presenta las propiedades de los catalizadores de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$  en condiciones oscuras y bajo luz ultravioleta (UV) al interactuar con la rodamina 6G (R6G). Los materiales

evaluados incluyen varias proporciones de óxido de grafeno (GO), dióxido de estaño (SnO) y la propia R6G. Los parámetros clave son:

### **Columnas de la Tabla:**

**K-Oscuro:** Constante de velocidad de reacción en condiciones de oscuridad.

**Degradación en oscuro:** Porcentaje de degradación de la R6G en condiciones de oscuridad.

**K-UV:** Constante de velocidad de reacción bajo irradiación UV.

**Degradación en UV:** Porcentaje de degradación de la R6G bajo luz UV.

Los materiales evaluados muestran una actividad fotocatalítica variable en oscuridad y bajo luz UV. En condiciones oscuras, 1GO y 10GO presentan constantes similares (0.00136) con degradaciones del 21.7 %, mientras que 5GO y SnO tienen valores intermedios de constantes (0.00119 y 0.00326, respectivamente) y degradaciones del 19.2 % y 14.6 %. GO puro destaca con la mayor degradación en oscuridad (44.4 %) a pesar de su constante moderada (8.77E-4). Por otro lado, 2.5GO exhibe la menor constante (5.32E-4) y degradación (9.1 %) en estas condiciones.

Bajo irradiación UV, todos los materiales, excepto la R6G pura, muestran un aumento en su actividad fotocatalítica. 5GO destaca con la mejor combinación de constante de velocidad (0.00363) y degradación (47.9 %), seguido de 2.5GO (0.00341 y 45.9 %). Aunque 1GO y 10GO mejoran sus constantes bajo UV, su degradación alcanza niveles menores (38.1 % y 32.4 %, respectivamente). GO puro mantiene una degradación considerable (42.6 %), mientras que SnO reduce su constante bajo UV (0.00308) y alcanza una degradación de 24.1 %.

La combinación de GO y SnO muestra un potencial significativo para optimizar la fotocatálisis, especialmente bajo luz UV. Los óxidos de grafeno, particularmente 5GO, destacan por su alta eficiencia en degradación y velocidad de reacción. Además, la capacidad de GO puro para mejorar la degradación en oscuridad resalta su utilidad en condiciones sin irradiación. Estas observaciones sugieren que la proporción adecuada de GO y SnO puede ser clave para aplicaciones de fotocatálisis en la degradación de contaminantes como la R6G.

Se hicieron dos procesos más de fotocatálisis (Figura 63), pero esta vez se dejó durante 3 horas en la lámpara UV y se midió su absorbancia antes y después para identificar la

reproducibilidad del catalizador. Se utilizó una gráfica de barras como el de la Figura 64 para visualizar el porcentaje en oscuro, uv, dos repeticiones de nuestros 4 catalizadores en R6G.

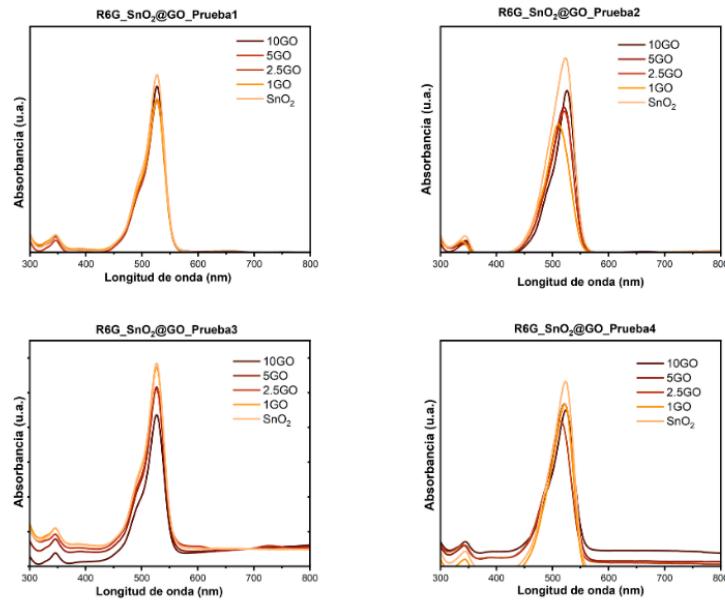


Figura 63: Pruebas de concentración de la R6G.

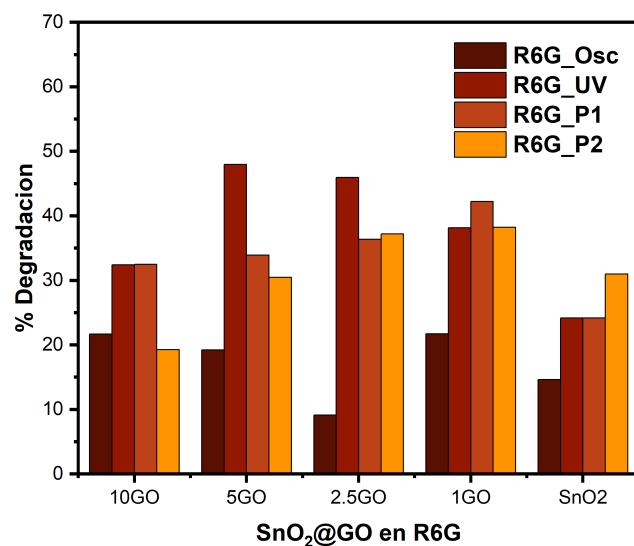


Figura 64: Porcentaje de decoloracion de catalizadores de SnO<sub>2</sub>@GO en R6G.

### 7.1.2. AM para SnO<sub>2</sub>@GO

La degradación de Azul de Metileno mediante la fotocatalisis se graficó mediante espectroscopia ultravioleta y visible (UV-vis), primero se consideró como punto de referencia el espectro característico del Azul de metileno con una concentración de 0.007 g/L tal como se muestra en la Figura 65, en la cual, se observa en el intervalo de 300 a 750 nm la banda principal de absorción ubicada a 664 nm. Un punto importante en este experimento es mencionar que el cambio de concentración durante las reacciones fotocatalíticas se siguió mediante la disminución de la intensidad de la banda a 664 nm.

La Figura 65 presenta los cambios de concentración a través de un tiempo de 180 min cada 15 min en la prueba de fotocatálisis llevada a cabo sin la presencia de catalizador. El comportamiento del colorante de AM tiene la característica de ser fotoestable ya que no existen cambios verticales en la banda ubicada a 664 nm. En la Figura 66 todas las pruebas de absorbancia se empleó una cantidad de catalizador de 0.1 g en una solución acuosa de Azul de Metileno a una concentración de 0.007g/L.

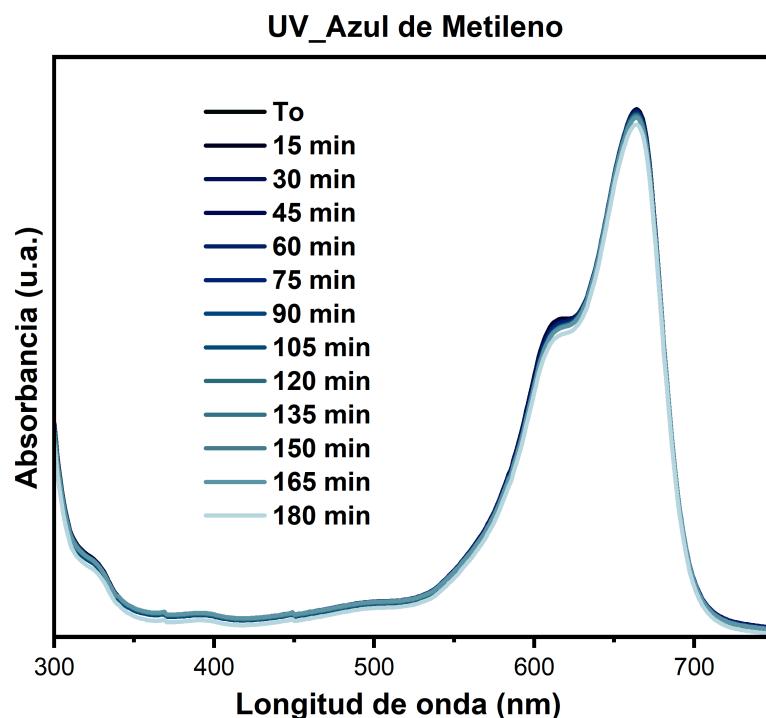


Figura 65: Espectro en UV-vis de AM.

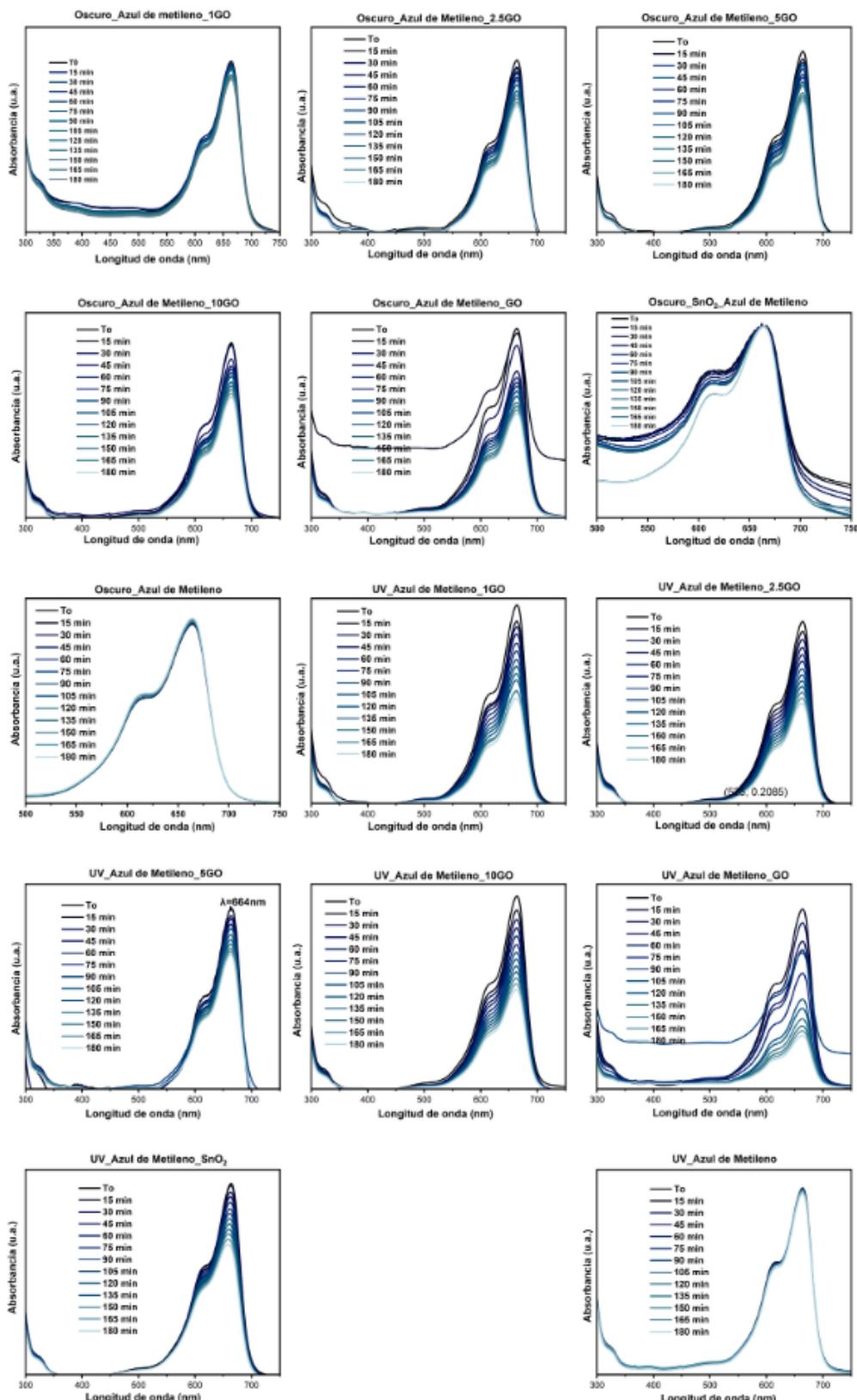


Figura 66: Pruebas en oscuro y con lampara UV de la AM.

Las cantidades evaluadas en oscuro y con la lámpara UV-C de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$  fueron de 0.1, 0.1, 0.1 y 0.1200 g y etiquetadas como 1GO, 5GO, 2.5GO y 1GO, respectivamente. En la Figura 66 se muestran las curvas de decoloración para las diferentes cantidades de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$ ,  $\text{SnO}_2$  y GO evaluadas en la degradación de Azul de Metileno.

Los porcentajes de degradación obtenidos en oscuro fueron de 28.777, 27.951, 26.521, 10.572, 44.842 y 7.812 % para las muestras 10GO, 5GO, 2.5GO, 1GO, GO y  $\text{SnO}_2$ , respectivamente. Los porcentajes de degradación obtenidos con la lámpara UV-C fueron de 47.21, 45.136, 25.11, 48.660, 70.399 y 33.637 % para las muestras 10GO, 5GO, 2.5GO, 1GO, GO y  $\text{SnO}_2$ , como en la Tabla ??.

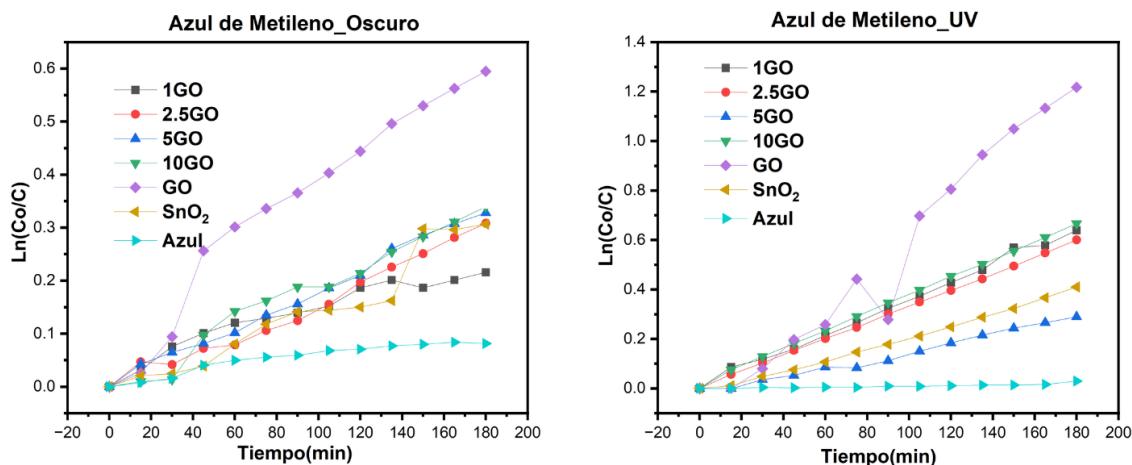


Figura 67: Curvas de decoloración de AM utilizando diferentes cantidades de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$ .

Tabla 25: Tabla de datos de materiales y sus propiedades en oscuro y UV para el azul de metileno.

Material	K-Oscuro	Degradación en oscuro	K-UV	Degradación en UV
1GO	6.20813E-4	10.572	0.00355	47.21
2.5GO	0.00171	26.521	0.00334	45.136
5GO	0.00182	27.951	0.00161	25.11
10GO	0.00189	28.777	0.0037	48.6601
$\text{SnO}_2$	0.00331	35.99	0.00228	33.637
GO	0.0017	44.842	0.00676	70.399
AM	4.51912E-4	7.812	1.65665E-4	2.9379

La actividad fotocatalítica de los materiales evaluados muestra diferencias notables

dependiendo de las condiciones de oscuridad y exposición a luz UV. En oscuridad, el GO puro presenta la mayor capacidad de degradación (44.8 %) con una constante de reacción de 0.0017, destacándose como el material más eficiente en esta condición. Por su parte, SnO<sub>2</sub> tiene la constante más alta en oscuridad (0.00331) con una degradación considerable del 36 %. Entre las composiciones de GO, 10GO es particularmente sobresaliente, logrando la mayor degradación en oscuridad (28.8 %) y una constante de reacción de 0.00189, mientras que 1GO y 5GO presentan valores más bajos en comparación.

Bajo luz UV, el desempeño mejora significativamente en todos los materiales, reafirmando su función como fotocatalizadores efectivos. El GO puro lidera en esta condición, con la constante de reacción más alta (0.00676) y la mayor degradación (70.4 %), seguido por 10GO, que logra una alta constante de 0.0037 y una degradación del 48.7 %. Las composiciones intermedias de GO, como 2.5GO y 5GO, también muestran buena actividad, aunque con valores ligeramente menores. En contraste, SnO experimenta una disminución en su constante bajo UV (0.00228) y una degradación más baja (33.6 %), destacando menos que los materiales de GO en esta condición.

En general, la capacidad de los materiales para degradar azul de metileno varía según sus composiciones y las condiciones de prueba. Los óxidos de grafeno (GO), especialmente en proporciones puras o altas, son los más efectivos tanto en oscuridad como bajo luz UV, mientras que SnO es más eficiente en ausencia de luz. Esto subraya la importancia de ajustar la composición y las condiciones experimentales para optimizar la actividad fotocatalítica y lograr una degradación más efectiva de contaminantes.

Se hicieron dos procesos más de fotocatalisis (Figura 68), pero esta vez se dejó durante 3 horas en la lámpara UV y se midió su absorbancia antes y después para identificar la reproducibilidad del catalizador. Se utilizó una gráfica de barras como la de la Figura 69 para visualizar el porcentaje en oscuro, uv, dos repeticiones de nuestros 4 catalizadores en R6G.

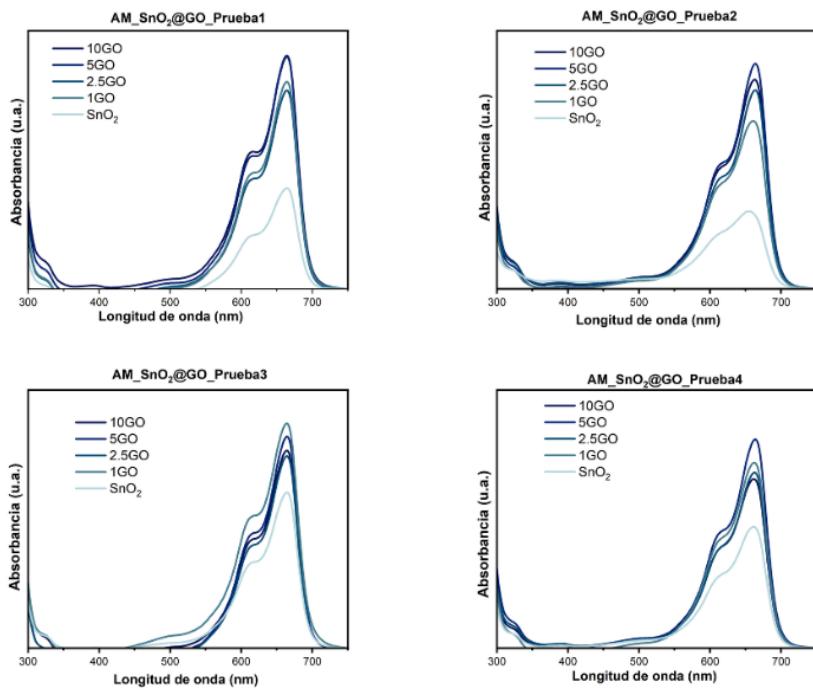


Figura 68: Pruebas de repetibilidad del azul de metileno.

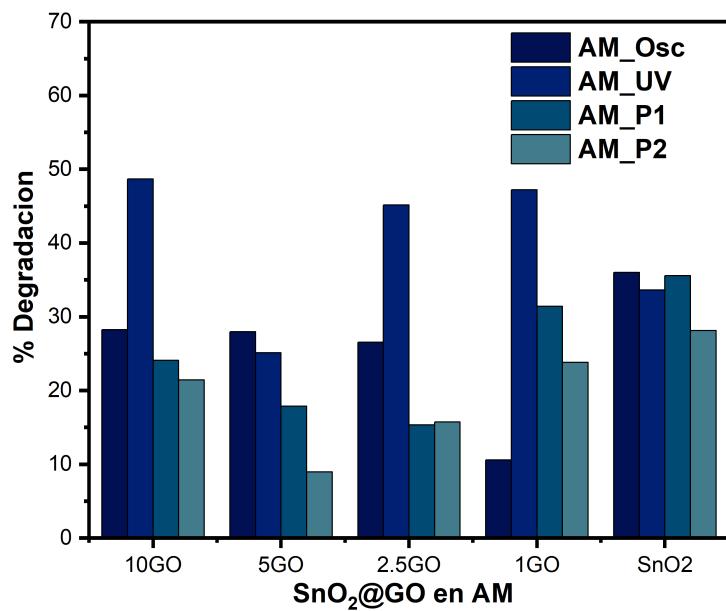


Figura 69: Porcentaje de decoloracion de catalizadores de SnO<sub>2</sub>@GO en AM.

De acuerdo a la Figura 69 los colorantes que mejor degradan en oscuro para la R6G es el 1GO, con la lámpara UV el mejor es el 5GO. Para el azul de metíleno el mejor colorante en oscuro es el SnO<sub>2</sub>, pero para lámpara UV sería el de 10GO.

Tabla 26: Comparación de la eficiencia del catalizador SnO<sub>2</sub>@GO frente a otros materiales reportados en la literatura.

Fotocatalizador	Tiempo en UV	Eficiencia	Contaminante	Técnica	Ref.
SnO <sub>2</sub>	120 min	80 – 99 %	Anilina, PNA, DNA	Hidrotermal	2013[9]
SnO <sub>2</sub> /GO	30 min	99 %	Azul de Metíleno	Hidrotermal	2019[68]
SnO <sub>2</sub> /GO	120 min	95 %	RhB y TDW	Hidrotermal	2020[69]
SnO <sub>2</sub> /GO	160 min	98,8 %	Albúmina de suero bovino	Hidrotermal	2020[70]
SnO <sub>2</sub> /GO	60 min	3,4 %	Naranja de metilo	Recubrimiento por centrifugación	2021[71]
SnO <sub>2</sub> – rGO	30 min	93 %	Azul de Metíleno	Hidrotermal	2022[25]
SnO <sub>2</sub> /MoS <sub>2</sub> /rGO	75 min	90 %	Azul de Metíleno	Hidrotermal	2022[72]
GO@SnO <sub>2</sub>	180 min	47,94 % en R6G, 48,66 % en AM	R6G y Azul de Metíleno	Hidrotermal	Investigación actual

## 7.2. Pruebas Fotocatálíticas para el ZnO@GO

En este contexto se experimentó con los cuatro catalizadores decorados de ZnO@GO, ZnO, GO, y alícuotas de los colorantes de R6G y AM, en pruebas de 3 h en oscuro y con lámpara UV-C como en la Figura 70. Para formas prácticas se usará como referencia las pruebas de concentración con el colorante AM y R6G que se realizaron para el SnO<sub>2</sub>@GO para que el equipo de UV-vis (Figura 19) pudiera graficarlos correctamente.

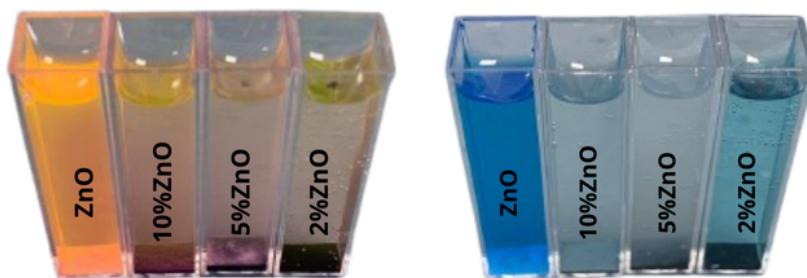


Figura 70: Aliquots of R6G and AM with decorated catalysts of ZnO@GO.

El mecanismo de la actividad fotocatalítica de ZnO/GO de la Figura 71, se basa en la excitación de electrones desde la banda de valencia (VB) a la banda de conducción (CB) cuando ZnO absorbe energía fotónica (Eg). Estos electrones excitados son transferidos a

la estructura laminar del óxido de grafeno (GO), lo que disminuye significativamente la recombinación de pares electrón-hueco y mejora la eficiencia del proceso fotocatalítico. La interacción entre GO y el ZnO reduce la brecha de banda, permitiendo una mayor actividad fotocatalítica en la región de luz visible. Además, la alta área superficial específica de GO, su estructura conjugada y la abundancia de grupos funcionales que contienen oxígeno proporcionan sitios de reacción ideales, favoreciendo tanto la adsorción como la acumulación de contaminantes orgánicos.

Durante la reacción fotocatalítica, los grupos  $-OH$  del GO desempeñan un papel clave al capturar huecos fotogenerados y transformarse en radicales hidroxilo ( $OH\cdot$ ), que son altamente reactivos y responsables de la degradación de moléculas orgánicas. Paralelamente, los electrones excitados reaccionan con moléculas de oxígeno, formando radical superóxido ( $O_2\cdot$ ), los cuales también contribuyen a la mineralización de los contaminantes orgánicos. Gracias a estas características, la combinación de ZnO y GO resulta altamente eficiente para procesos fotocatalíticos, maximizando la actividad en condiciones de luz visible y facilitando la eliminación de contaminantes de manera efectiva.

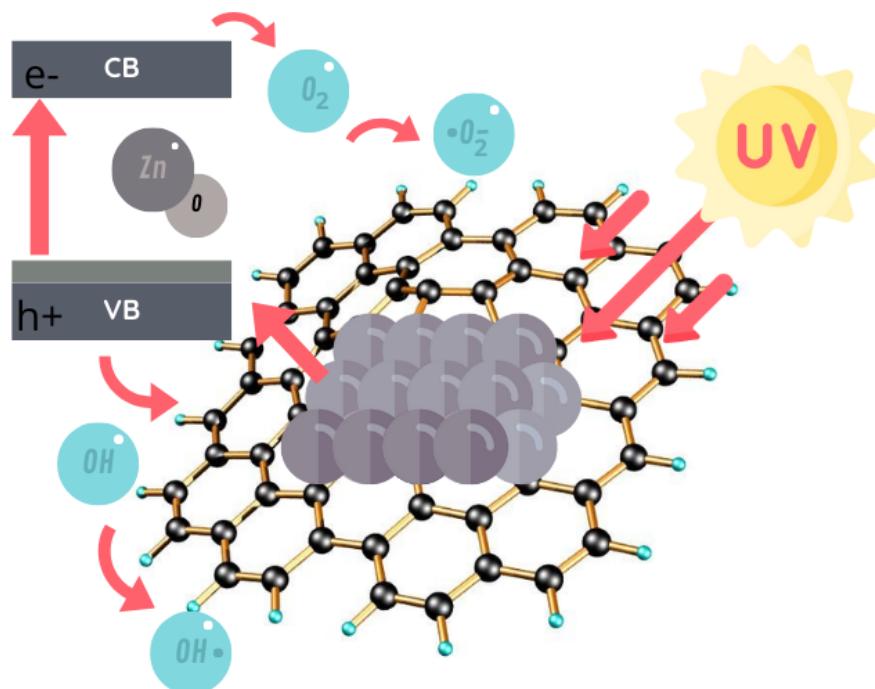


Figura 71: Proceso fotocatalítico de nanocompositos de ZnO@GO.

### 7.2.1. R6G para ZnO@GO

En este apartado se analizarán los resultados obtenidos para la degradación fotocatalítica de las cuatro muestras de ZnO@GO, evaluando el efecto de la cantidad de precursor en las muestras. Se siguió el mismo procedimiento que con SnO<sub>2</sub>@GO, lo que nos dio resultados como los resultados de la Figura 72.

**Eficiencia en Oscuridad:** Las muestras de ZnO@GO (10ZnO, 5ZnO, 2.5ZnO) muestran una mejora significativa en la capacidad de degradación de R6G en comparación con ZnO solo, incluso sin la exposición a luz UV. Esto sugiere que la presencia de GO contribuye a la fotocatálisis, de manera que mejora la capacidad del ZnO para tratar contaminantes incluso en condiciones sin luz UV.

**Eficiencia con Luz UV:** La presencia de luz UV aumenta significativamente la eficiencia de degradación en todas las muestras. La luz UV activa el ZnO y ZnO@GO, generando pares electrón-hueco que promueven la degradación de R6G. La muestra 5ZnO es la más eficiente bajo luz UV, indicando que esta muestra puede tener una óptima combinación de ZnO y GO que favorece la fotocatálisis.

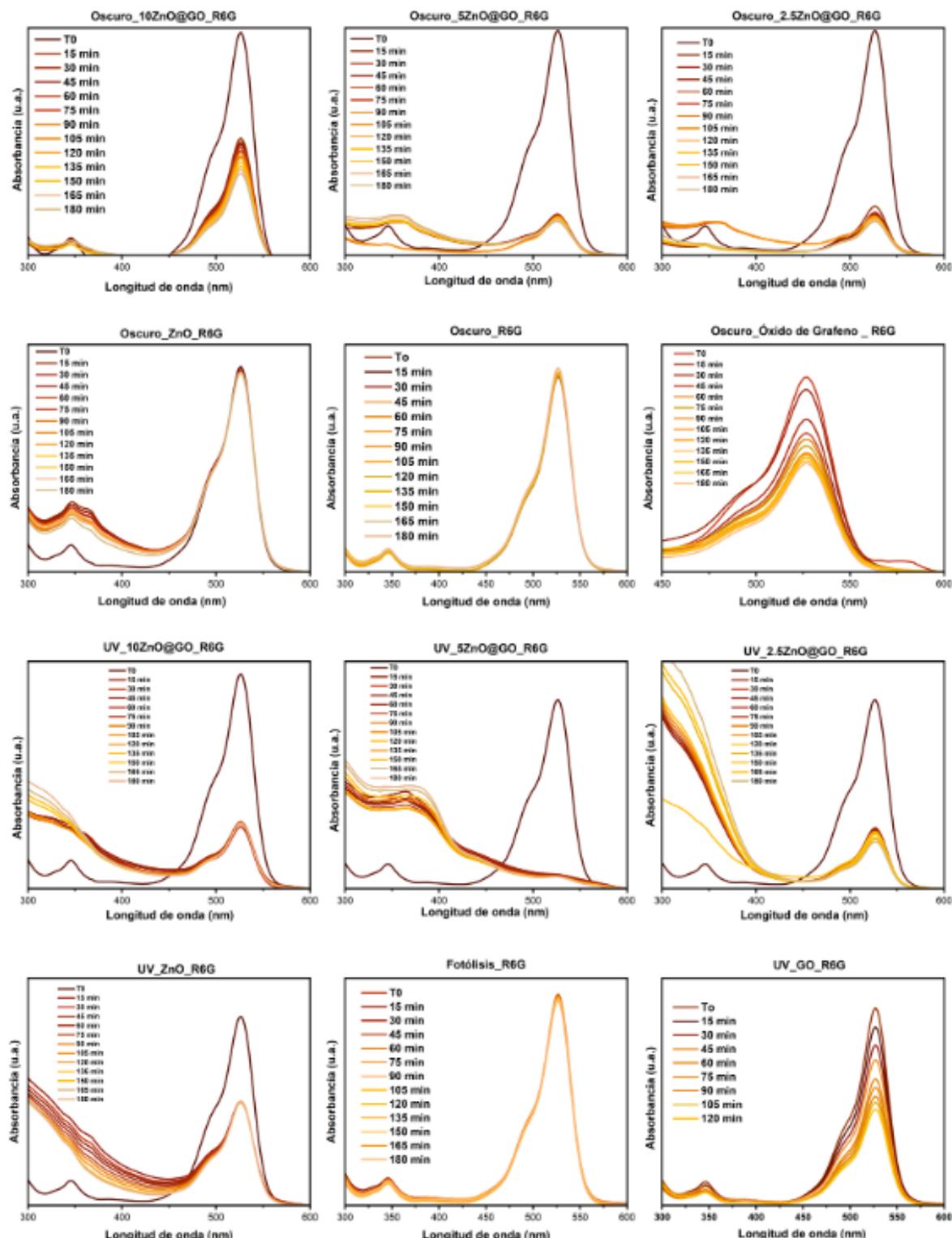


Figura 72: Pruebas en oscuro y con lampara UV de la R6G para los catalizadores de ZnO@GO, ZnO, GO y colorante AM.

De acuerdo a la Tabla 27 y a la Figura 73, nos muestras la velocidad de reacción de los catalizadores en la prueba en oscuro y en uv en R6G, que previamente con el catalizador de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$  se explicó como se calculó.

El catalizador 10 % ZnO, tiene un K en oscuridad de 0.00246 (baja constante de velocidad), un porcentaje de degradación en oscuridad de 65.362 % y un K bajo UV: 0.00289 (ligeramente mayor bajo UV) con un porcentaje de degradación bajo UV de 69.782 %. El 10 % ZnO tiene una eficiencia moderada en ambas condiciones, mostrando un incremento pequeño en su actividad bajo luz UV en comparación con la oscuridad.

El catalizador 5 % ZnO, tiene un K en oscuridad de 0.00457 (doble que en 10 % ZnO), un porcentaje de degradación en oscuridad de 84.939 % y un K bajo UV: 0.00665 (incremento significativo bajo UV) con un porcentaje de degradación bajo UV de 93.658 %. El 5 % ZnO presenta una alta eficiencia tanto en oscuridad como bajo UV, con un incremento considerable bajo UV, siendo el material más eficiente para la fotocatálisis del R6G.

El catalizador 2.5 % ZnO, tiene un K en oscuridad de 0.00457 (similar al 5 % ZnO), un porcentaje de degradación en oscuridad de 84.963 % y un K bajo UV de 0.00335 (menor que en oscuridad )con un porcentaje de degradación bajo UV de 75.006 %.

Aunque el 2.5 % ZnO tiene un alto rendimiento en oscuridad, su eficiencia disminuye bajo luz UV, lo que sugiere que esta concentración es más adecuada para condiciones sin luz.

El catalizador de 140 ZnO, tiene un K en oscuridad de 7.109E-5 (muy baja constante de velocidad) con un porcentaje de degradación en oscuridad de 2.903 %, con un K bajo UV: 0.00143 (aumento en UV, pero aún bajo) y una degradación bajo UV de 44.706El 140 ZnO tiene una eficiencia extremadamente baja en oscuridad y mejora bajo UV, pero sigue siendo el material menos eficiente en ambas condiciones.

GO (Grafeno), K en oscuridad: 8.770E-4,Degradación en oscuridad: 44.369 % K bajo UV: 1.016E-4 (constante de velocidad muy baja bajo UV). Degradación bajo UV: 42.568 %. Interpretación: GO tiene una eficiencia moderada en oscuridad, pero su eficiencia bajo UV es limitada, mostrando poca mejora en comparación con las muestras de ZnO.

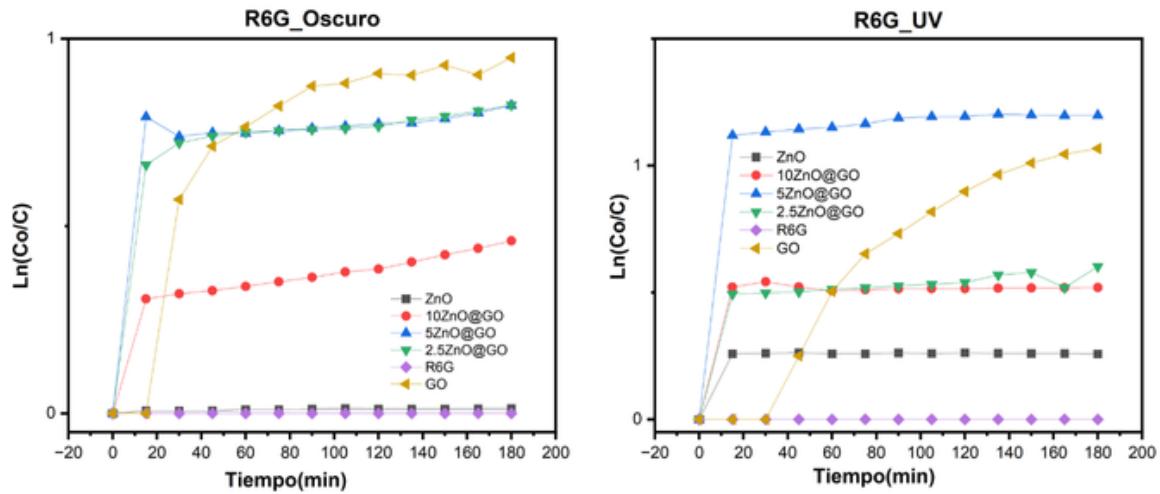


Figura 73: Porcentaje de decoloración de catalizadores de ZnO@GO en oscuro y UV en R6G.

Tabla 27: Tabla de datos de la eficiencia en oscuro y en UV de R6G.

Material	<i>K</i> – Oscuro	Degradoación en oscuro	<i>K</i> – UV	Degradoación en UV
10 %ZnO	0,00246	65,362	0,00289	69,782
5 %ZnO	0,00457	84,939	0,00665	93,658
2,5 %ZnO	0,00457	84,963	0,00335	75,006
140ZnO	$7,109E - 5$	2,903	0,00143	44,706
GO	$8,77044E - 4$	44,369	$1,01571E - 4$	42,568

Se hicieron dos procesos más de fotocatalisis (Figura 74 y 75), pero esta vez se dejó durante 3 horas en la lámpara UV y se midió su absorbancia antes y después para identificar la reproducibilidad del catalizador de R6G y AM. Se utilizó una gráfica de barras como el de la Figura 76 para visualizar el porcentaje en oscuro, uv, dos repeticiones de nuestros 4 catalizadores en R6G.

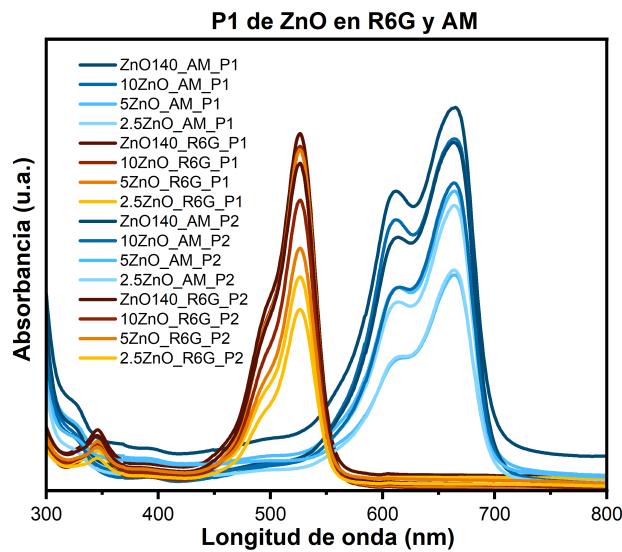


Figura 74: Pruebas de reproducibilidad con lampara UV de los catalizadores de ZnO@GO en AM y R6G de acuerdo al cambio de color antes de la lampara UV.

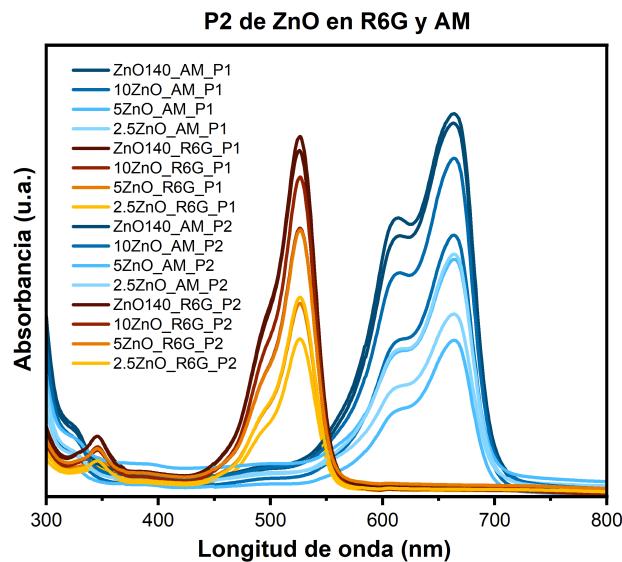


Figura 75: Pruebas de reproducibilidad con lampara UV de los catalizadores de ZnO@GO en AM y R6G de acuerdo al cambio de color despues de 3 h en lampara UV.

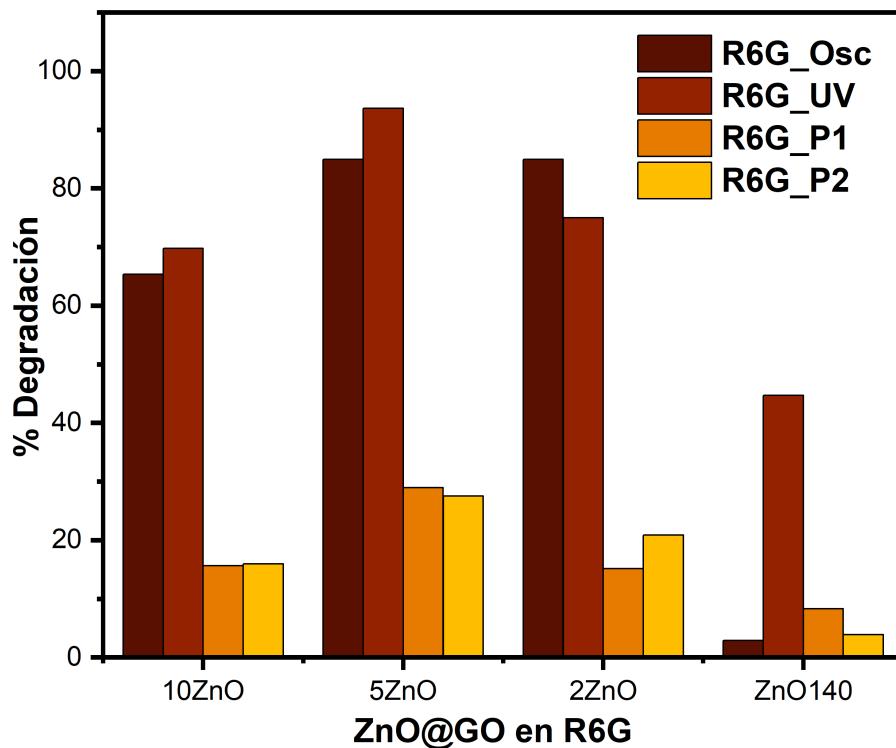


Figura 76: Porcentaje de decoloración de catalizadores de ZnO@GO en R6G.

### 7.2.2. AM para ZnO@GO

Previamente, se analizarán los resultados obtenidos para la evaluación fotocatalítica de las cuatro muestras de ZnO@GO, evaluando el efecto de la cantidad de precursor en las muestras. Se siguió el mismo procedimiento para el análisis UV que con SnO<sub>2</sub>@GO, lo que nos dio resultados como los de la Figura 77 y 78.

Se calculó la pendiente de inclinación para identificar la velocidad de reacción de nuestro catalizador ante el AM e identificar si existen diferencias de degradación de catalizador a colorante. Las pruebas de reproducibilidad del AM con los catalizadores decorados están en la Figura 74 y 75, junto con el colorante de R6G.

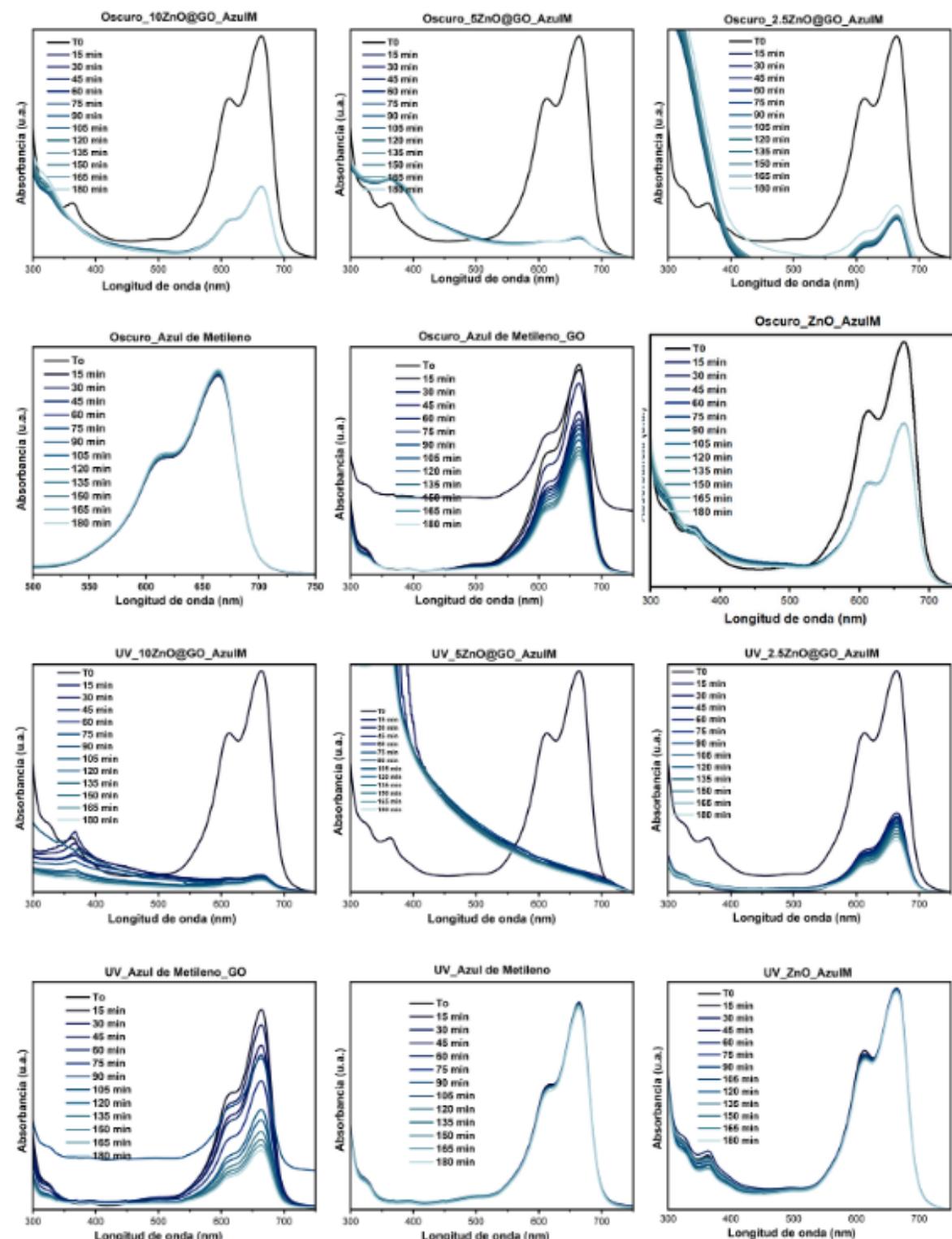


Figura 77: Pruebas en oscuro y con lampara UV de AM para los catalizadores decorados de ZnO@GO.

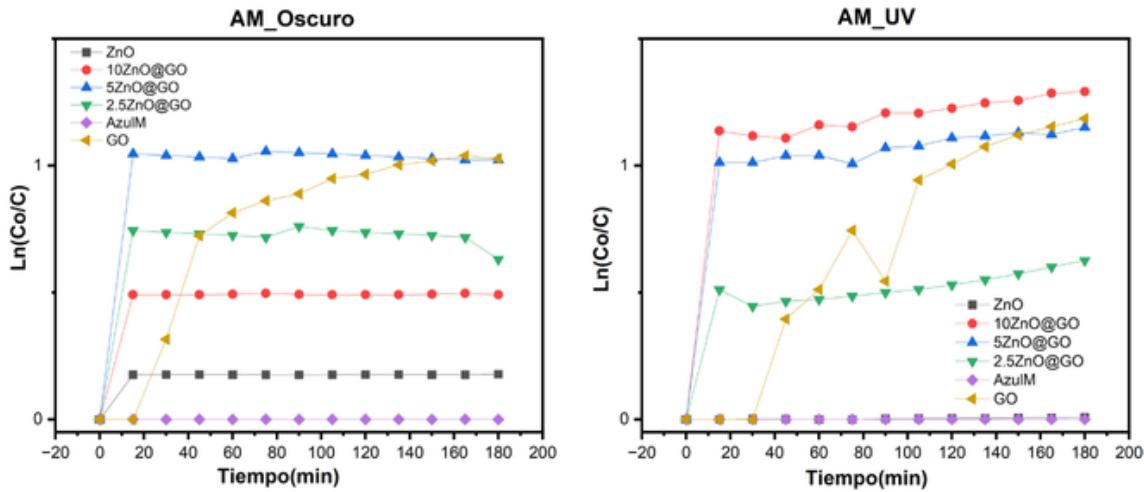


Figura 78: Porcentaje de decoloración de catalizadores de  $ZnO@GO$  en AM.

Tabla 28: Tabla de datos de la eficiencia en oscuro y en UV de AM.

Material	$K - Oscuro$	Degradación en oscuro	$K - UV$	Degradación en UV
10 % $ZnO$	0,00273	67,723	0,00717	94,836
5 % $ZnO$	0,00568	90,501	0,00639	92,865
2,5 % $ZnO$	0,0035	76,574	0,00348	76,131
140 $ZnO$	$9,881E - 4$	33,604	$4,311E - 5$	0,7852
GO	0,0017	44,842	0,00676	70,399

La Tabla 28 y la Figura 78 presentada detalla la eficiencia de distintos materiales catalíticos de  $ZnO@GO$  en la degradación de azul de metileno bajo condiciones de oscuridad y exposición a luz UV. En condiciones de oscuridad, se observa que los catalizadores con mayor contenido de  $ZnO$  (5 % $ZnO$  y 10 % $ZnO$ ) presentan las constantes de reacción más altas (0.00568 y 0.00273, respectivamente) y degradaciones superiores, con el 5 % $ZnO$  alcanzando la mayor degradación (90.501 %).

Por otro lado, el catalizador 140 $ZnO$  tiene la constante más baja ( $9.881E-4$ ) y una eficiencia significativamente menor (33.604 %), lo que indica un desempeño limitado en estas condiciones. El GO puro, en comparación, muestra un desempeño intermedio, con una constante de 0.0017 y una degradación del 44.842 %.

Bajo irradiación UV, la actividad catalítica mejora notablemente en la mayoría de los materiales. El 10 % $ZnO$  destaca con la constante de reacción más alta (0.00717) y la mayor

degradación (94.836 %), seguido de cerca por el 5 %ZnO, que alcanza una constante de 0.00639 y una degradación del 92.865 %. Por otro lado, el 2.5 %ZnO presenta valores más moderados (K-UV de 0.00348 y una degradación del 76.131 %), mientras que el 140ZnO muestra un desempeño marginal con una constante extremadamente baja (4.311E-5) y apenas un 0.7852 % de degradación. El GO puro, aunque no tan eficiente como el 10 %ZnO, alcanza una constante de reacción considerable (0.00676) y una degradación del 70.399 %, lo que evidencia su buen comportamiento bajo UV.

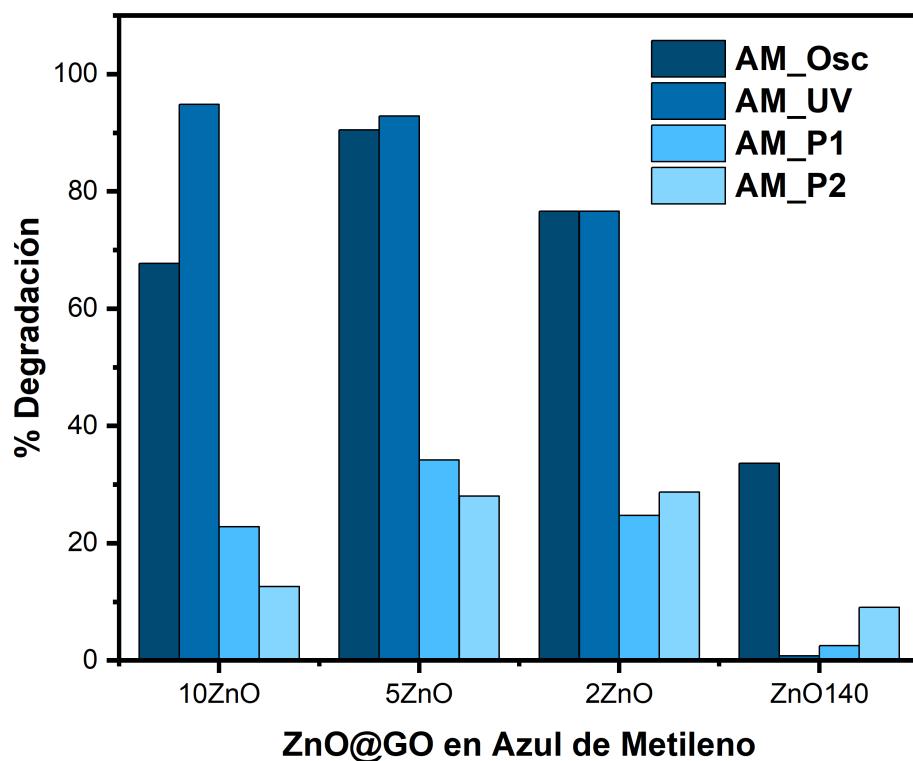


Figura 79: Porcentaje de decoloración de catalizadores de ZnO@GO en AM.

La Figura 79 resume la actividad catalítica de los materiales, depende tanto de la proporción de ZnO como de las condiciones de luz. El 10 %ZnO y el 5 %ZnO son los más efectivos tanto en oscuridad como bajo UV, demostrando una alta eficiencia en la degradación de azul de metileno. El GO puro también presenta un buen desempeño, especialmente bajo UV, lo que lo convierte en un candidato relevante para aplicaciones fotocatalíticas. Por otro lado, el 140ZnO muestra una actividad limitada, resaltando la importancia de optimizar la

proporción de ZnO y su interacción con GO para maximizar la eficacia catalítica.

Por último en este análisis se encuentra la Tabla 29 con el porcentaje más alto de degradación de nuestro catalizador y de las comparaciones existentes que hay con otros catalizadores que fueron sometidos a diferentes tiempos de iluminación UV, diferentes contaminantes y diferentes condiciones de síntesis.

Tabla 29: Comparación de la eficiencia del catalizador ZnO@GO frente a otros materiales reportados en la literatura.

Fotocatalizador	Tiempo en UV	Eficiencia	Contaminante	Técnica	Ref.
Compósitos de ZnO/rGO	60 min	97,96 %	10 mg/L de rojo Congo, 2,0 g/L de ZnO/rGO	Impregnación simplificada	2018[62]
Compósitos de ZnO/rGO	90 min	84 %	Azul de metileno	Hidrotermal	2020[33]
ZnO – GO	30 min	100 %	Azul de metileno	Hidrotermal	2021[52]
ZnO – GO	120 min	70,07 %	R6G	Hidrotermal	2022[53]
rGO@ZnO	100 min	99 %	Azul de metileno	Síntesis ecológica	2023[54]
GO/ZTO/TO	60 min	100 %	Azul de metileno	Hidrotermal	2024[55]
rGO	100 min	98,74 % en IC y 98,56 % en NR	Carmín de índigo, Rojo neutro	Solvotérmico	2024[56]
ZnO NPs	270 min	87 ± 0,5 %	Naranja de metilo	Método químico y ecológico	2024[73]
GO@ZnO	180 min	93,658 % en R6G, 94,836 % en AM	R6G y Azul de Metileno	Hidrotermal	Investigación actual

## Conclusiones

La degradación de R6G y AM en presencia de  $\text{SnO}_2@\text{GO}$  y  $\text{ZnO}@\text{GO}$  mostró un porcentaje significativamente mayor de degradación en comparación con el uso individual de  $\text{SnO}_2$  y  $\text{ZnO}$ . Esto indica una mayor velocidad de degradación, atribuible a la reducción del band gap y a la estructura del GO, que contribuyó a incrementar el área superficial al prevenir la aglomeración de los nanomateriales.

Esta mejora favoreció la formación de radicales hidroxilo ( $\text{OH}\bullet$ ) generados por la reacción entre los iones OH y H. El proceso de fotosensibilización por el colorante, junto con la generación de especies oxidantes gracias a los catalizadores, fue clave para el resultado.

Se logró la decoración de  $\text{SnO}_2$  sobre GO mediante síntesis hidrotermal. Las condiciones óptimas para obtener este nanocompuesto fueron 160°C durante 30 horas, seguidas de una etapa de calcinación a 190°C durante 20 horas.

De manera similar, se obtuvo  $\text{ZnO}@\text{GO}$  mediante síntesis hidrotermal bajo condiciones óptimas de 140°C durante 4.5 horas y un pH de 11.

La estructura de  $\text{ZnO}@\text{GO}$  y  $\text{SnO}_2@\text{GO}$  evidencia un efecto sinérgico entre el grafeno y los óxidos metálicos ( $\text{SnO}_2$  y  $\text{ZnO}$ ). Las nanohojas de GO mejoran la dispersión y homogeneidad de los nanomateriales, estabilizan las nanopartículas y mitigan la expansión volumétrica de  $\text{ZnO}$  y  $\text{SnO}_2$ . Además, el GO previene la aglomeración de estos óxidos metálicos, mejorando la actividad fotocatalítica y manteniendo la estabilidad estructural del sistema.

La degradación de R6G y AM presentó mejores resultados con  $\text{ZnO}$  en comparación con  $\text{SnO}_2$ , lo cual se atribuye a su menor banda prohibida de energía (3.37 eV frente a los 3.6 eV de  $\text{SnO}_2$ ). Sin embargo, ambos catalizadores demostraron eficacia en la degradación del colorante y cuentan con características destacables como amplia disponibilidad, bajo costo y no toxicidad, posicionándose como una alternativa viable dentro de los Procesos de Oxidación Avanzada.

## **Recomendaciones y/o Sugerencias para investigaciones futuras**

Si se desea replicar la metodología de esta investigación para realizar pruebas con diferentes tiempos y temperaturas, sería útil explorar un mayor número de variaciones en las condiciones de síntesis con el objetivo de mejorar la calidad del catalizador.

En este estudio se logró la degradación de colorantes como la rodamina 6G (R6G) y el azul de metileno (AM). Sin embargo, los catalizadores obtenidos podrían tener aplicaciones más amplias, como la degradación de compuestos farmacéuticos.

Además, aunque los catalizadores fueron evaluados antes de su uso en la fotocatálisis para identificar las características asociadas a las condiciones de síntesis, sería valioso realizar una caracterización posterior al proceso de fotocatálisis. Esto permitiría analizar las nuevas moléculas formadas durante la degradación, proporcionando información adicional sobre los mecanismos involucrados.

## Referencias

- [1] BBC, *Cuáles son los 9 límites que mantienen a la Tierra en equilibrio (y qué riesgos corremos por haber pasado 4)*. BBC, 2021. [En línea]. Disponible: <https://www.bbc.com/mundo/noticias-58954923>
- [2] M. A. AE Ghaly\*, R Ananthashankar and V. Ramakrishnan, *Production, Characterization and Treatment of Textile Effluents: A Critical Review*. Chemical Engineering Process Technology, 2014. [En línea]. Disponible: [10.4172/2157-7048.1000182](https://doi.org/10.4172/2157-7048.1000182)
- [3] f. given i=A, given=Angel. Bricomoléculas: construye tu propia molécula. [En línea]. Disponible: <https://biomodel.uah.es/en/DIY/JSME/draw.es.htm>
- [4] A. Vandenbroucke, “Abatement of volatile organic compounds by combined use of non-thermal plasma and heterogeneous catalysis,” Ph.D. dissertation, 01 2015.
- [5] V. Bratan, A. Vasile, P. Chesler, and C. Horoiu, “Insights into the redox and structural properties of coox and mnox: Fundamental factors affecting the catalytic performance in the oxidation process of vocs,” *Catalysts*, vol. 12, p. 1134, 09 2022.
- [6] M. L. Mariaenrica Frigione, “Recent advances and trends of nanofilled/nanostructured epoxies,” *Materials*, 2020.
- [7] A. A. DÍAZ, “Desarrollo de nanocompósitos a base de polipropileno y óxido de grafito reducido térmicamente y determinación de sus propiedades mecánicas y de barrera,” *Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas*, 2017.
- [8] L. L. D.-F. Claudio Martínez-Pacheco, Ebelia Del-Ángel-Meraz, “Las nanoestructuras de zno y sus aplicaciones como sensor de gas h2s the zno nanostructures and their applications as a h2s gas sensor,” *ELSEVIER*, 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.29059/cienciauat.v17i2.1632>
- [9] Talebian and Jafarinezhad, *Morphology-controlled synthesis of SnO<sub>2</sub> nanostructures using hydrothermal method and their photocatalytic applications*, 04 2013.
- [10] ONU, *Objetivos de Desarrollo Sostenible — Naciones Unidas*. The United Nations, 2015. [En línea]. Disponible: <https://www.un.org/es/impacto-acad%C3%A9mico/page/objetivos-de-desarrollo-sostenible>

- [11] P. Europeo, *El impacto de la producción textil y de los residuos en el medio ambiente.* Parlamento Europeo, 2024. [En línea]. Disponible: <https://www.europarl.europa.eu/topics/es/article/20201208STO93327/el-impacto-de-la-produccion-textil-y-de-los-residuos-en-el-medio-ambiente#:~:text=Seg%C3%BAn%20las%20estimaciones%2C%20la%20producci%C3%B3n,%20durante%20los%20primeros%20lavados>.
- [12] C. A. C. C. E. A., *Contaminación generada por colorantes de la industria textil.* Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, 2014. [En línea]. Disponible: <https://www.uaeh.edu.mx/scige/boletin/prepa4/n3/e1.html>
- [13] N. L. E. . J. J. López, N., “Langmuir-hinshelwood mechanism in photocatalysis: what we have learned from density functional theory.” 2015.
- [14] Y. J. . W. H. An, X., “Heterogeneous photocatalytic degradation of organic contaminants over titanium dioxide: a review of fundamentals, progress and problems,” 2012.
- [15] C. X. T. Chen, “Facile hydrothermal synthesis of sno<sub>2</sub> nanoflowers for low-concentration formaldehyde detection,” *Nanomaterials*, 2022.
- [16] C. B. S. Shabna, S. Sahaya, “Potential progress in sno<sub>2</sub> nanostructures for enhancing photocatalytic degradation of organic pollutants,” *Elsevier B.V*, 2023.
- [17] G. Y. S. Park, “Conventional and microwave hydrothermal synthesis and application of functional materials: A review,” *Materials*, 2019.
- [18] W. W. Y. L. X. Ren, “2d sno<sub>2</sub> nanosheets: Synthesis, characterization, structures, and excellent sensing performance to ethylene glycol,” *Nanomaterials*, 2018.
- [19] A. P. S. M. T. S. W. S. H. A. Y. H. W. P. M. W. J. C. J. P. Jiwanti, D. K. A. Sukardi, “Fabrication and characterization of rgo-sno<sub>2</sub> nanocomposite for electrochemical sensor of ciprofloxacin,” *Elsevier*, 2023.
- [20] L. Liu, “A facile microwave hydrothermal method for fabricating sno<sub>2</sub>@c/graphene composite with enhanced lithium ion storage properties,” *Sec. Electrochemistry*, 2022.
- [21] A. K. M. Arvania, H. Mohammad Alihaa, “Graphene oxide/sno<sub>2</sub> nanocomposite as sensing material for breathalyzers: Selective detection of ethanol in the presence of automotive co and hydrocarbons emissions,” *Sec. Electrochemistry*, 2016.

- [22] U. K. M. K. Shabbir, W. Ali, "Facile synthesis of sno<sub>2</sub>/graphene and bi-sno<sub>2</sub>/graphene-based nanocomposites as electrode materials for energy storage devices," *Elsevier*, 2023.
- [23] J. Z. Z. Tang, "Preparation of ti/sb-sno<sub>2</sub>-go/pbo<sub>2</sub> electrode and its application in electrochemical oxidation treatment of ultralow-concentration residual hydrazine in water," *ELECTROCHEMICAL SCIENCE*, 2017.
- [24] Z. F. Z. X. S. D. W. M. D. N. . W. C. Wang, P., "Heterostructured graphene/tio<sub>2</sub> nanobelt composites: facile synthesis and enhanced photocatalysis," *Dalton Transactions*, 2014.
- [25] H. A. S. A. M. A. M. Alaizeri, Z.M.; Alhadlaq, "One-pot synthesis of sno<sub>2</sub>-rgo nanocomposite for enhanced photocatalytic and anticancer activity," *Polymers*, 2022. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.3390/polym14102036>
- [26] F. R. K. Batool, M. Rani, "Multinary nanocomposite of go@sro@cocro3@fecr2o4@sno<sub>2</sub>@sio<sub>2</sub> for superior electrochemical performance and water purification applications," *Elsevier*, 2023.
- [27] W. G. Y. Wang, S. Kattel3, "Exploring the ternary interactions in cu-zno-zro<sub>2</sub> catalysts for efficient co<sub>2</sub> hydrogenation to methanol," *NATURE COMMUNICATIONS*, 2019.
- [28] D. Z. S. L. M. H. S. G. D. Cao, X. Shu, "Lipid-coated zno nanoparticles synthesis, characterization and cytotoxicity studies in cancer cell," *Nano Convergence*, 2020.
- [29] M. C. S. Jiang, K. Lin, "Zno nanomaterials: Current advancements in antibacterial mechanisms and applications," *Nanomaterials*, 2020.
- [30] C. F. F. C. R. Mendes, G. Dilarri, "Antibacterial action and target mechanisms of zinc oxide nanoparticles against bacterial pathogens," *Scientific Reports*, 2022.
- [31] M. A. S. Raha, "Zno nanostructured materials and their potential applications: progress, challenges and perspectives," *Royal Society of Chemistry*, 2022.
- [32] X. R. Y. Z. F. G. H. Z. W. Wan, Y. Li, "2d sno<sub>2</sub> nanosheets: Synthesis, characterization, structures, and excellent sensing performance to ethylene glycol," *Nanomaterials*, 2018.

- [33] A. O. A. M. T. Al-Rawashdeh, Nathir A. F., "Photocatalytic activity of graphene oxide/zinc oxide nanocomposites with embedded metal nanoparticles for the degradation of organic dyes," *ACS Omega*, 2020. [En línea]. Disponible: <https://doi/10.1021/acsomega.0c03608>
- [34] H. C. D. Z. J. X. Y. Lin, R. Hong, "Green synthesis of zno-go composites for the photocatalytic degradation of methylene blue," *Nanomaterials*, 2020.
- [35] E. R. E. Albiter, A. S. Merlano, "Synthesis, characterization, and photocatalytic performance of zno-graphene nanocomposites: A review," *Composites Science*, 2021.
- [36] A. Cortazar-Martínez, C. González-Ramírez, C. Coronel-Olivares, J. Lozada, J. Castro-Rosas, and J. Villagómez-Ibarra, "Biología aplicada a la degradación de colorantes de la industria textil," *Universidad y Ciencia*, vol. 28, pp. 187–199, 08 2012.
- [37] D. MARCANO, *Introducción a la Química de los Colorantes*. Academia de Ciencias Físicas, Matemáticas y Naturales, 2018.
- [38] J. H. P. C. R. Flores, O. P. Huari, *Remoción del azul de metileno de agua residual industrial textil mediante oxidación a nivel de laboratorio - Huancayo*, 2021. Academia de Ciencias Físicas, Matemáticas y Naturales, 2021.
- [39] P. R. G. A. B. P. V. K. Saharan, D. V. Pinjari, "Advanced oxidation technologies for wastewater treatment: An overview," *Elsevier*, 2014.
- [40] C. Bustillo-Lecompte, *Advanced Oxidation Processes. Applications, Trends, and Prospects*. IntechOpen, 2020.
- [41] A. S. Tejedor, *La industria de los colorantes y pigmentos*. Escuela de ingenierías industriales, 2015. [En línea]. Disponible: <https://www.eii.uva.es/organica/qoi>
- [42] Z. Y. . Q. Y. Zhao, J., "Photocatalytic hydrogen evolution over semiconductor-based photocatalysts: a review of the relationship between electronic structure and activity," 2019.
- [43] L. R. M. A. S. G. y. L. I. L. L. L. Farías Cepeda, J. D. Flores Oyervides, *Grafeno, el material del futuro Síntesis y propiedades*. UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE COAHUILA, 2017.

- [44] R. S. S. B. Y. M. A. K. S. G. Manisha Byakodi, Narlawar Sagar Shrikrishna, "Emerging 0d, 1d, 2d, and 3d nanostructures for efficient point-of-care biosensing," *ELSEVIER*, 2022.
- [45] S. Z. B. L. L. S. A. T. Smith, A. M. LaChance, "Synthesis, properties, and applications of graphene oxide/reduced graphene oxide and their nanocomposites," *Elsevier*, 2019.
- [46] J. J. A. Bravo, "Síntesis de óxido de grafeno por medio de mecano-química con potenciales aplicaciones en electrónica," *Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo*, 2017.
- [47] H. B. H. S. Smaoui, I. Cherif, "Zinc oxide nanoparticles in meat packaging: A systematic review of recent literature," *ELSEVIER*, 2023.
- [48] M. G. A. E. Yabalak, A. Benmenine, "Synthesis of zno nanoparticles on the zn plates recovered from waste batteries using eco-friendly methods and evaluation of its photocatalytical activity," *ELSEVIER*, 2024.
- [49] S. K. A. Serrano-Lazaro, M. Bizarro, "Photocatalytic activity of zno films with laser-induced dewetted bimetallic nps: Impact of au/pd ratio," *ELSEVIER*, 2024.
- [50] M. A. H. D.M. Abdo, A. N. El-Shazly, "Effect of acidic and basic leachants on the synthesis of zno nanoparticles from egyptian zinc ore, their optical/surface characteristics and photocatalytic performance," *ELSEVIER*, 2024.
- [51] R. K. H. K. Al-heuseen, A. I. Aljameel, "Synthesis and characterization of cu-doped zno nanostructures for uv sensing application," *BMC Chemistry*, 2024.
- [52] W. Ahmed, S.N.; Haider, "Enhanced photocatalytic activity of zno-graphene oxide nanocomposite by electron scavenging," *Catalysts*, 2021. [En línea]. Disponible: <https://doi/10.3390/catal11020187>
- [53] N. G. B. C. H. F. I. M. Rashid, M.; Al-Zaqri, "Waste derived graphene oxide-zno: An efficient photocatalyst for rhodamine 6g," *processes*, 2022. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.3390/pr10112266>
- [54] H. D. W. A. D. A. A. Negash, S. Mohammed and M. Gashu, "Enhanced photocatalytic degradation of methylene blue dye using eco-friendly synthesized rgo@zno nanocomposites," *Scientific Reports*, 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi/10.1038/s41598-023-48826-7>

- [55] H. H. H. A. E. . S. K. SaharA. Mousa, D.A. Wissa, "Enhanced photocatalytic activity of green synthesized zinc oxide nanoparticles using low-cost plant extracts," *Scientific Reports*, 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi/10.1038/s41598-024-66975-1>
- [56] F. N. M. H. A.-L. S. A. J. R. R. J. K. A. J.-J. C. M. K. M. S. Sha, H. Anwar and K. K. Sadasivuni, "Photocatalytic degradation of organic dyes using reduced graphene oxide (rgo)," *Scientific Reports*, 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi/10.1038/s41598-024-53626-8>
- [57] S. S. M. I. K. C. J. H. M. K. Q. K. M. M. Namra Abid, Aqib Muhammad Khan Muhammad Ikram, "Synthesis of nanomaterials using various top-down and bottom-up approaches, influencing factors, advantages, and disadvantages: A review," *ELSEVIER*, 2022. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.cis.2021.102597>
- [58] A. G. A. E. T. H. T. Weidemuller, M.; Hemmerich, "Bragg diffraction in an atomic lattice bound by light," *Physical Review Letters*, 1995. [En línea]. Disponible: <https://doi:10.1103/PhysRevLett.75.4583>
- [59] M. R. M. A. Monshi, M. Reza Foroughi, "Modified scherrer equation to estimate more accurately nano-crystallite size using xrd," *World Journal of Nano Science and Engineering*, 2012. [En línea]. Disponible: <https://doi:10.4236/wjnse.2012.23020>
- [60] O. C. S. O. H. N. D. K. K. P. X. L. Amin Kassem, Lana Abbas and S. Tiquia-Arashiro, "Applications of fourier transform-infrared spectroscopy in microbial cell biology and environmental microbiology: advances, challenges, and future perspectives," *Frontiers in Microbiology*, 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.3389/fmicb.2023.1304081>
- [61] A. G. Shard, "Practical guides for x-ray photoelectron spectroscopy: Quantitative xps," *: J. Vac. Sci. Technol.*, 2020. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1116/1.5141395>
- [62] S. L. A. Z. A. H. C. O. C. H. W. W. C. C. A. W. M. Y. L. Pang, S. F. Tee and E. Mahmoudi, "Enhancement of photocatalytic degradation of organic dyes using zno decorated on reduced graphene oxide (rgo)," *Tesis de licenciatura*, 2018. [En línea]. Disponible: <https://doi/10.5004/dwt.2018.21947>
- [63] Z. L. Xiaodong Chen, Zhan Qu and G. Ren, "Mechanism of oxidization of graphite to graphene oxide by thehummers method," *American Chemical Society*, 2022. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c01963>

- [64] b. C. W. B. Daniel R. Dreyer, a Sungjin Park and R. S. Ruoff, "The chemistry of graphene oxide," *Chemical Society Reviews*, 2009. [En línea]. Disponible: <https://doi:10.1039/b917103g>
- [65] M. F. A. L. Heyong He, Jacek Klinowski, "A new structural model for graphite oxide," *ELSEVIER*, 1998. [En línea]. Disponible: [https://doi.org/10.1016/S0009-2614\(98\)00144-43](https://doi.org/10.1016/S0009-2614(98)00144-43)
- [66] R. Sánchez, "Estudio experimental de nanotubos de carbono dopados con nitrógeno y de óxido de grafeno," *INSTITUTO POTOSINO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA, A.C.*, 2017.
- [67] O. Cigarroa-Mayorga, "Enhancement of photocatalytic activity in zno nws array due to fe<sub>2</sub>o<sub>3</sub> nps electrodeposited on the nanowires surface: The role of zno-fe<sub>2</sub>o<sub>3</sub> interface," *Elsevier*, 2022.
- [68] W. K. J. Y. Z. Y. C. X. T. Q. R. Y. Z. C. G. D. . W. C. Qi, Z., "Preparation and characterization of sno<sub>22x</sub>/go composite photocatalyst and its visible light photocatalytic activity for self-cleaning cotton fabrics," *Springer*, 2019. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02662-z>
- [69] C. G.-E. X. H.-Y. X. Z.-L. L. Y.-J. W. J.-J. L. L.-J. . M. H.-F. Chen, Z., "Photocatalytic antifouling properties of novel pvdf membranes improved by incorporation of sno<sub>2</sub>-go nanocomposite for water treatment," *Elsevier*, 2020. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.118184>
- [70] K. G. A. S. S.-R. R. S.-T. S. L.-S. I. . C. Y. Rani, E. G. D. S., "Survival assessment of simple food webs for dye wastewater after photocatalytic degradation using sno<sub>2</sub>/go nanocomposites under sunlight irradiation," *Elsevier*, 2020. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.137805>
- [71] W. K. J. Y. Z. Y. C. X.-T. Q. R.-Y. Z. C.-G. D. . W. C. Qi, Z., "Photocatalytic antifouling properties of novel pvdf membranes improved by incorporation of sno<sub>2</sub>-go nanocomposite for water treatment," *Elsevier*, 2021. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.118184>
- [72] . S. I. Agboola, P. O., "Facile fabrication of sno<sub>2</sub> / mos<sub>2</sub> / rgo ternary composite for solar light-mediated photocatalysis for water remediation," *Polymers*, 2022. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.04.109>

- [73] H. H. H. A. A. E. S. A. Mousa, D. A. Wissa and S. A. Khairy, "Enhanced photocatalytic activity of green synthesized zinc oxide nanoparticles using low-cost plant extracts," *Scientific Reports*, 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi/10.1038/s41598-024-66975-1>

# Apéndices

## A. Anexos A

### Ficha de datos de seguridad de dióxido de estaño



Figura 80: Hoja técnica de Hidróxido de Sodio.



Figura 81: Hoja técnica de Tetracloruro de Estaño Pentahidratado.

### Ficha de datos de seguridad para el óxido de grafeno



Figura 82: Hojas técnicas de Per-manganato potásico

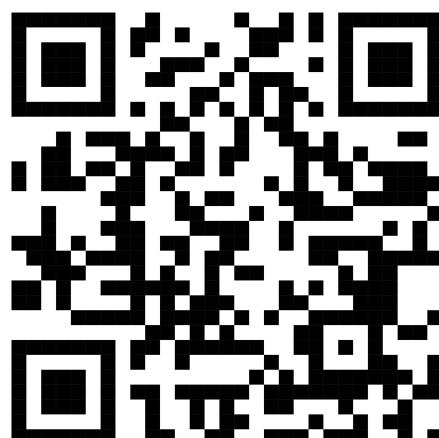


Figura 83: Hoja técnica de Nitrato de sodio.

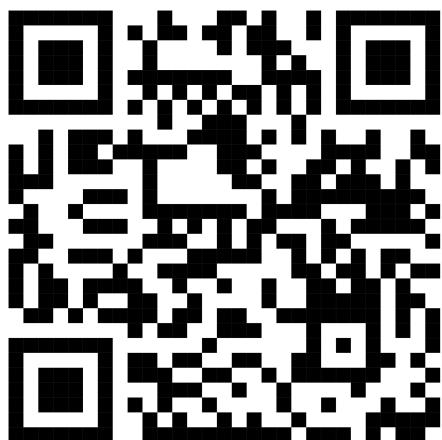


Figura 84: Hoja técnica de  $\text{HSnO}_2\text{SOSnO}_4$ .



Figura 85: Hoja técnica del azul de metileno.

### Ficha de datos de seguridad para el óxido de zinc



Figura 86: Hojas técnicas de Hexametilentetramina



Figura 87: Hoja técnica del "Zinc acetate dihydrate".



Figura 88: Manual Técnico para la lámpara UV-C.

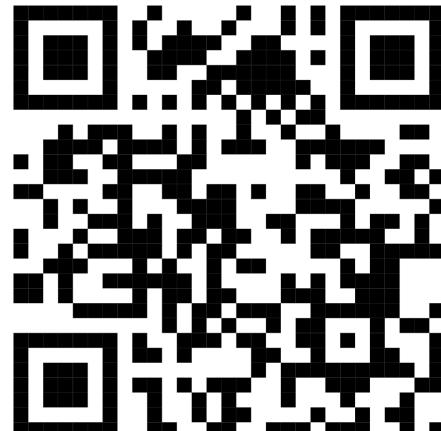


Figura 89: Hoja Técnica de R6G.

## Pruebas Fotocatalíticas de concentración en UV-vis

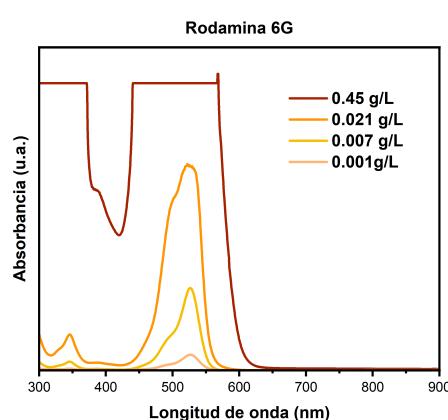


Figura 90: Pruebas de concentración de la Figura 91: Pruebas de concentración del azul R6G.

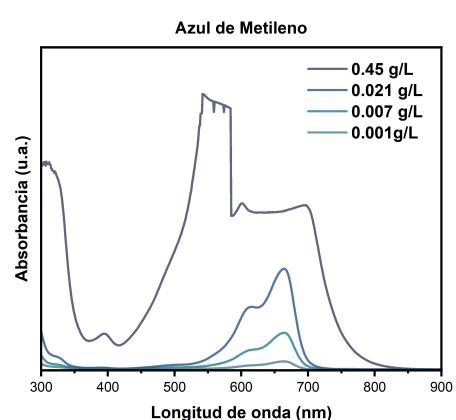


Figura 91: Pruebas de concentración del azul de metileno.

## B. Anexos B

### Programas y Licencias Utilizadas

Tabla 30: Licencias y URLs de Programas

Programa	Versión	Tipo de Licencia	URL Oficial
Adobe Illustrator	CC 2024	Prueba gratuita (7 días)	adobe.com
Origin	2022,2023 y 2024	Comercial (Institucional/Personal)	originlab.com
Canva	2022-2025	Prueba gratuita	canva.com