

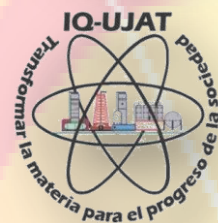


**Universidad Juárez Autónoma de Tabasco**

*“ESTUDIO EN LA DUDA. ACCIÓN EN LA FE”*

**División Académica de Ingeniería y Arquitectura**

Miembro CUMex desde 2008



# MEMORIAS

## 2<sup>do.</sup> Congreso Nacional

**Ingeniería Química UJAT 2012**

*“El Impacto de la Ingeniería Química en la Sociedad”*



**Villahermosa Tabasco, México, Agosto 2012**



## INDICE DE SESIÓN DE CONFERENCIAS

	<b>EJE TEMÁTICO AMBIENTAL</b>	
AMB/C/01	Modelo de dispersión atmosférica para gases densos aplicables al análisis de riesgo de tipo industrial <i>García Pech Edgar Iván, Hernández Barajas José Roberto, Ramos Herrera Sergio</i>	9
AMB/C/03	Análisis de tendencias de DBO <sub>5</sub> , DQO, SST y OD en las aguas de los ríos de Tabasco <i>Broca Martínez Luis Fernando, Ramos Herrera Sergio, Laines Canepa José Ramón</i>	15
AMB/C/04	Determinación de fracciones de los hidrocarburos de petróleos crudos normalizados a los °API y aplicados en la evaluación de impacto ambiental en suelos <i>Morales Bautista Carlos Mario, Adams Schroeder Randy H. Pérez Vidal Hermicenda, Acosta de la Cruz Cristell Janet</i>	22
AMB/C/06	Evaluación del poder coagulante del sulfato de aluminio en el tratamiento de agua obtenido a partir de alúmina agotada generada en un proceso industrial <i>Solís Rudy, Laines José Ramón, Azamar José Antonio, Ávila Israel</i>	27
AMB/C/07	Implementación de un techo verde en el Instituto Tecnológico de Villahermosa <i>Daniel Alberto Peregrino Reyes, Fernando Castañeda López, Jesús Alberto Villamonte Hernández, Arturo Hernández Uribe, José Inés Madrigal Hernández, Gaspar Gómez Sáenz, Ana Laura Vila Martínez</i>	35
AMB/C/08	Modelación del clarificador de una planta tratadora de agua residual utilizando software libre <i>Cortés García Ivonne, Pérez Manuel Orellana, Carpio de Jesús Oscar, Reyes Nava Hugo, Borja Salín Manuel</i>	41
AMB/C/09	Estimación de metano (GEI) mediante las directrices del IPCC 1996, procedentes de las aguas residuales industriales en el Estado de Tabasco 2005-2008 <i>Ana Luisa Gómez Calzada, Dora María Frías Márquez, Carmen Maurilio Flores Guzmán, María Juana García Marín</i>	49
AMB/C/10	Simulación de la cinética química de la degradación del CO basado en la tecnología de plasma frío	56



EJE TEMÁTICO NANOTECNOLOGÍA		
NANO/C/01	Exposición de películas de titanio en solución acuosa de ácido fluorhídrico para la formación de nanoestructuras de óxido de titanio por anodización electroquímica <i>Lucia Gregorio Vázquez, Cecilia Cuevas Arteaga, Ebelia del Ángel Meraz, Guadalupe Rivera Ruedas</i>	253
NANO/C/02	Síntesis de nanoestructuras auto-ensambladas de óxido de zinc por el método de reacción en microemulsiones aceite-en-agua (OW) <i>Vidal Germán, Pemartin Kelly, Álvarez Jaime, Solans Conxita, Sánchez Margarita</i>	259
EJE TEMÁTICO PROCESOS		
PRO/C/02	Modelo unidimensional de sedimentación aplicado a un clarificador secundario de una planta de tratamiento de aguas residuales operando en Tabasco <i>Brito de Dios César Ignacio, Hernández Barajas José Roberto, Carrera Velueta Jesús Manuel, Solórzano Barrera Daniela</i>	266
PRO/C/03	Comercialización de la carne de ganado bovino a través de las estrategias del comercio electrónico <i>Torres Magaña María Patricia, Díaz Contreras Sergio, Falcón Cámara Amalia Guadalupe, Loyda Sánchez Marín, López Caraveo Rubicel, Freddy A. Morcillo Presenda</i>	273
PRO/C/04	Construcción de un reactor diferencial para la eliminación de iones fluoruro de agua potable a partir de su simulación con elemento finito <i>Jiménez Núñez María de la luz, Vallejo Puerta Vicente, Moreno García Hilda, Cuellar Robles Fredy, Cuevas Vázquez Laura, Estrada Moreno Julio César, Borja Salín Manuel</i>	284
PRO/C/05	Adquisición de datos en tiempo real para la modelación de un clarificador de una planta tratadora de agua residual utilizando software libre <i>Moreno Saavedra Hilda, Flores Alamo Nicolás, González García Alain, Colín Romero Ricardo, García Carbajal Julio César</i>	291
PRO/C/06	Análisis de esfuerzos de ducto ascendente de acero en tirante de aguas someras en el Golfo de México mediante el programa CAESAR II	296



## Síntesis de nanoestructuras auto-ensambladas de óxido de zinc por el método de reacción en microemulsiones aceite-en-agua (O/W)

Vidal Germán<sup>1</sup>, Pemartin Kelly<sup>2</sup>, Alvarez Jaime<sup>1</sup>, Solans Conxita<sup>2</sup>, Sanchez Margarita<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV S.C.), GENES-Group of Embedded Nanomaterials for Energy Scavenging, Apodaca, 66600, MEXICO; <sup>2</sup>Instituto de Química Avanzada de Cataluña (IQAC-CSIC), and CIBER en Bioingeniería, Biomateriales y Nanomedicina (CIBER-BBN), Barcelona, 08034, SPAIN

e-mail: [german.vidal@cimav.edu.mx](mailto:german.vidal@cimav.edu.mx)

### Resumen

En este trabajo se explora el método de reacción por microemulsión O/W para la preparación de nanoestructuras organizadas de ZnO, con aplicaciones potenciales en el área energética. El método consiste en el uso de precursores organometálicos, estos se disuelven en gotas de aceite nanométricas estabilizadas con un surfactante, y dispersas en una fase continua acuosa. En el 2009, éste método se reportó por primera vez para la síntesis de nanopartículas metálicas y óxidos metálicos [1]. Se demostró que es posible obtener nanopartículas pequeñas, con buena cristalinidad y gran área superficial (SSA). Se sintetizaron nanopartículas de ZnO usando una microemulsión no iónica. Se obtuvieron nanopartículas de forma esférica con un tamaño de 5-10nm. Los estudios de difracción de Rayos-X y microscopía electrónica de transmisión de alta resolución son consistentes con la estructura cristalina hexagonal. Dependiendo de las condiciones de reacción y la composición de la microemulsión, las nanopartículas se autoensamblaron en nanoestructuras tipo “flores”, “moras” o “alambres”. Las propiedades eléctricas se evaluaron en polvo, para explorar las aplicaciones potenciales. Se demostró que mediante la síntesis por microemulsión o/w es posible sintetizar diferentes nanoestructuras de ZnO y las propiedades eléctricas finales pueden controlarse a través del método.

### I. Introducción

Hoy en día los materiales nanoestructurados de ZnO han tomado gran interés, debido a sus propiedades ópticas, eléctricas y químicas, así como por su baja toxicidad. El ZnO nanoestructurado tiene una eficiente emisión de UV [1] a temperatura ambiente. Las nanoestructuras de ZnO tienen varias aplicaciones potenciales, tales como materiales luminiscentes [2,3], varistores [4,5], sensor de gas [6-8], bloqueadores-UV [9], agentes



antimicrobianos [10] y recientemente en celdas solares[11]. Para su síntesis se han usado técnicas como sol-gel [12,13], co-precipitación química[14,15], deposición química por vapor[16], deposición química por vapor metal-orgánico[17], pirolisis por spray[18], síntesis hidrotermal[19] y reacción en microemulsión[20-22]. El método de microemulsión agua-en-aceite o inversa utiliza grandes cantidades de solventes orgánicos como fase continua, lo cual es un problema para el medio ambiente. Por otro lado es posible usar el método de microemulsión aceite-en-agua (O/W), el cual consiste en disolver un precursor metalo-orgánico en gotas de aceite de orden nanométrico, estabilizadas por un tensoactivo, y dispersas en una fase continua acuosa. La principal ventaja del método de reacción en microemulsión aceite-en-agua (O/W) es el uso de agua como fase continua. En la literatura aun no ha sido reportado el uso del método de reacción en microemulsión aceite-en-agua para la síntesis de NPs de ZnO y ZnO<sub>2</sub>. El propósito de este trabajo es sintetizar NPs cristalinas de ZnO<sub>2</sub> por el método de reacción en microemulsión aceite-en-agua (O/W) a temperatura ambiente y a partir del mismo obtener ZnO mediante su calcinación.

## II. Metodología

**Materiales:** El tensoactivo Synperonic® 91/6 (HLB=13) fue un regalo de Croda. El precursor 2-etilhexanoato de Zinc (Zn-EH), con una concentración del 80% en aceite mineral (Zn-EH) fue comprado a Alfa Aeser y el aceite n-hexano de Merck. El agente precipitante, hidróxido de sodio, así como el isopropanol fueron comprados a Carlo Erba. El peróxido de hidrogeno al 30% se obtuvo de Sigma Aldrich.

### **Síntesis de NPs por el método de reacción en microemulsión O/W**

El sistema de microemulsión estudiado fue: Agua / Synperonic® 91/6 / Hexano. La composición de la microemulsión O/W fue de agua: tensoactivo: fase oleosa con una relación en peso de 64.5: 21.5: 14. La fase de aceite consistió en una solución del precursor Zn-EH en hexano. La síntesis consistió en agregar una solución acuosa de NaOH (2.5M) a la microemulsión bajo agitación vigorosa a 25.5 °C. Después de una hora se le agregó una pequeña cantidad de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> concentrado. La reacción se llevó a cabo con agitación toda la noche, después se filtró y lavó, con etanol/agua (1/1); las nanopartículas obtenidas se secaron a 70°C. De esta manera se obtiene ZnO<sub>2</sub>; para obtener ZnO, las partículas de ZnO<sub>2</sub> son tratadas a 300°C por dos horas.

### **Caracterización de NPs de ZnO<sub>2</sub> y ZnO**

La morfología y el tamaño de partícula se estudio con microscopia electrónica de transmisión JEOL JEM 2100 o microscopia electrónica de emisión de campo, JEM-2200FS, 200kV, con una resolución de 0.19nm en modo TEM. La preparación de la rejilla

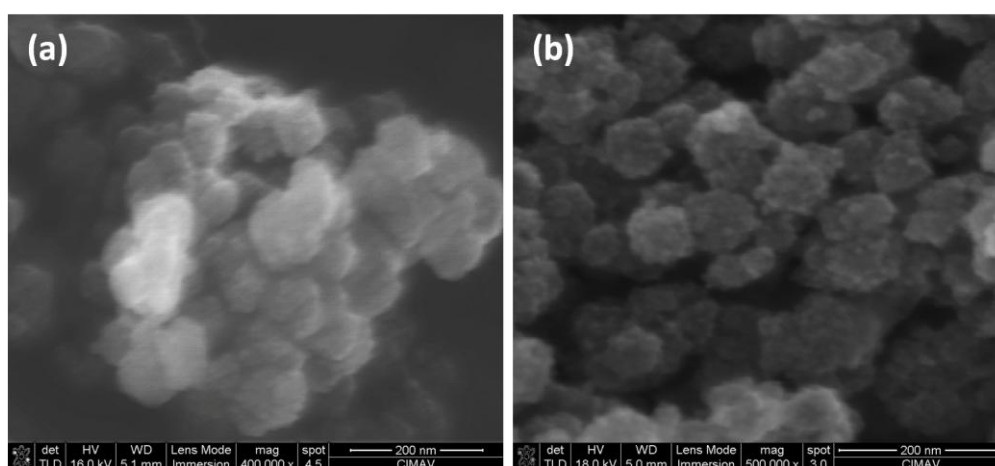




de TEM se llevo a cabo mediante una dispersión de 0.0001 g de muestra (polvo) en isopropanol (2mL), seguido de sonicado, y una gota de esta dispersión fue depositada sobre una rejilla de cobre con carbón y formvar.

### III. Resultados y discusión

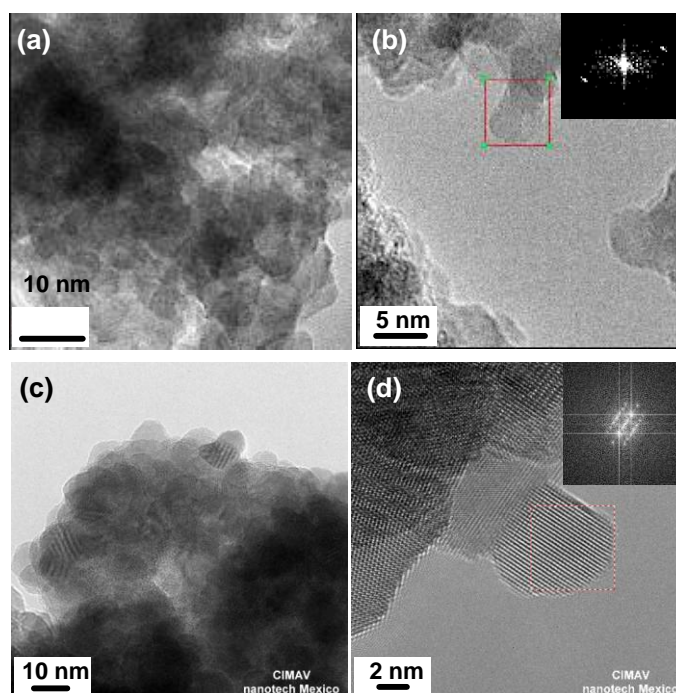
La solución acuosa de NaOH (2.5M) incrementa la concentración de OH<sup>-</sup> en la microemulsión, lo que permite la reacción entre el Zn<sup>2+</sup> y OH<sup>-</sup>, por la difusión de los iones (OH<sup>-</sup>) en la fase continua acuosa. Esto genera nucleación y crecimiento de estructuras de ZnO. El precursor organometálico de Zn-2EH es disuelto en gotas de aceite, mientras que el agente precipitante es soluble en la fase continua acuosa. De tal forma que la nucleación probablemente inicia en la interface aceite/agua. El crecimiento puede ser influenciado por varios mecanismos tales como maduración de Oswald o la agregación de los núcleos. La concentración del precursor y el agente precipitante es un parámetro crucial que puede influir en la cinética de crecimiento[23]. La obtención de núcleos de ZnO permite la agregación y estos germinan formando cristales autoensamblados. Existen muchas investigaciones en las cuales al sintetizar ZnO se generan cristales alargados, en forma de pétalos los cuales se autoagregan como nanoestructuras en forma de flor[24]. Sin embargo, en esta investigación, al añadir el H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, las especies HOO<sup>-</sup> aparentemente inhiben el crecimiento preferencial en el eje-c de los cristales alargados, dando un crecimiento en forma globular de las nanopartículas de ZnO<sub>2</sub>, ensambladas en formas de mora (80-100nm), como se observa por SEM (Figura 1a), dicha estructura se mantiene al calcinarse a 300°C y obtenerse ZnO (Figura 1b)



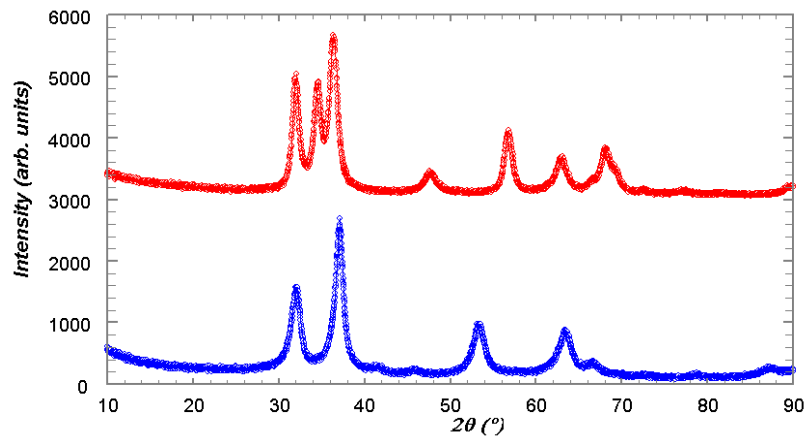
**Figura 1.** Micrografías de SEM en donde se muestran las nanoestructuras de ZnO<sub>2</sub> (a), y de ZnO (b).



Las micrografías de TEM (Figura 2b) revelan que los ensambles de nanopartículas de  $ZnO_2$  se encuentran en el orden de 5-10 nm y por alta resolución (Figura 2b) se puede observar la buena cristalinidad del material. El patrón XRD fue consistente con la estructura cristalina cúbica del  $ZnO_2$  (tarjeta JCPDS No. 13-0311). Después de la calcinación de las NPs de  $ZnO_2$  por 2 horas a  $300^\circ C$ , se obtuvieron NPs de ZnO, y la morfología se mantuvo (nanomoras), aunque el tamaño fue mayor, en el orden de 10-15nm (Figura 2c), y la buena cristalinidad es observada en la Figura 2d. El espectro de XRD (Figura 3), muestran que las nanopartículas de ZnO poseen una estructura cristalina de wurzita (consistente con la tarjeta JCPDS No. 80-0075). Mediante la ecuación de Debye-Scherrer, se pudo estimar el tamaño del cristal usando las reflexiones de mayor intensidad. Las NPs de  $ZnO_2$  obtenidas directamente de la microemulsión tienen una distancia cristalina ( $d_{xyz}$ ) de 9nm, mientras que después de la calcinación la distancia cristalina ( $d_{xyz}$ ) es de 15nm.



**Figura 2.** Micrografías de TEM mostrando las nanopartículas de  $ZnO_2$  (a y b), y de ZnO (c y d). Los recuadros de las figuras (b) y (d) muestran los FFT de las regiones marcadas por un recuadro punteado rojo.



**Figura 3.** Espectros de XRD de las nanopartículas de  $ZnO_2$  (abajo, en azul), y las de  $ZnO$  (arriba, en rojo).

#### IV. Conclusiones

Es posible sintetizar nanopartículas de  $ZnO$  y  $ZnO_2$  mediante el método de reacción por microemulsión aceite-en-agua (O/W) a temperatura ambiente. El  $ZnO$  posee una estructura cristalina de wurtzita hexagonal mientras que el  $ZnO_2$  tiene una estructura cúbica. La caracterización por TEM y SEM han demostrado que las NPs de  $ZnO_2$  sintetizadas a través de la precipitación con  $NaOH$  y  $H_2O_2$  se autoensamblaron en nanoestructuras tipo nanomoras. Además, la calcinación de  $ZnO_2$  permite la formación de NPs de  $ZnO$  donde se mantuvo la dicha nanoestructura. En función de la morfología de las nanoestructuras y de la naturaleza de las mismas, debe ser posible adaptar las propiedades físicas, de tal modo que se puede aumentar el rango de aplicaciones potenciales.

#### V. Referencias

- [1] Karpina, V. A., Lazorenko, V. I., Lashkarev, C. V., Dobrowolski, V. D., Kopylova, L. I., Baturin, V. A., Pustovoytov, S. A., Karpenko, A. Ju., Eremin, S. A., Lytvyn, P. M., Ovsyannikov, V. P. and Mazurenko, E. A., Zinc oxide – analogue of GaN with new perspective possibilities, *Cryst. Res. Technol.*, Vol. 39, No. 11, p. 980–992, 2004.
- [2] Kamikubo.  $ZnO:Zn$  phosphor for vacuum fluorescent display United States Patent, Tokyo, JP, NEC Corporation, 5128063, 1992.
- [3] Vanheusden, K., Seager, C. H., Warren, W. L., Tallant, D. R., Caruso, J., Hampden-Smith, M. J., Kodas, T. T., Green photoluminescence efficiency and free-carrier density in  $ZnO$  phosphor powders prepared by spray pyrolysis, *J. Lumn.*, Vol. 75, No. 1, p11-16, 1997.





- [4] Hingorani, S., Pillai, V., Kumar, P., Multani, M. S., Shah, D. O., Microemulsion mediated synthesis of zinc-oxide nanoparticles for varistor studies. *Mat. Res. Bull.*, Vol. 28, No 12, p1303-1310, 1993.
- [5] Hingorani, S., Shah, D.O., Multani, M.S., Effect of process variables on the grain growth and microstructure of ZnO–Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> varistors and their nanosize ZnO precursors, *J. Mater. Res.*, Vol. 10, No. 2, p 461-467, 1995.
- [6] Lupan, O., Shishiyanu, S., Chow, L., Shishiyanu, T., Nanostructured zinc oxide gas sensors by successive ionic layer adsorption and reaction method and rapid photothermal processing. *Thin Solid Films*, Vol. 516, No. 10, p3338-3345, 2008.
- [7] Gupta, S. K., Joshi, A., Kaur, M., Development of gas sensors using ZnO nanostructures. *Chem J.Sci.*, Vol. 122, No. 1, p57–62, 2010.
- [8] Sucheá, M., Christoulakis, S., Moschovis, K., Katsarakis, N., Kiriakidis, G., ZnO transparent thin films for gas sensor applications. *Thin Solid Films*, Vol. 515, No. 2, p551-554, 2006.
- [9] Becheri, A., Dürr, M., Lo Nostro, P., Baglioni, P., Synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles: application to textiles as UV-absorbers. *J. Nanopart. Res.*, Vol. 10, No. 4, p679-689, 2008.
- [10] Nagarajan, P., Rajagopalan, V., Enhanced bioactivity of ZnO nanoparticles—an antimicrobial study. *Sci. Technol. Adv. Mater*, Vol. 9, No. 3, p035004-10, 2008.
- [11] Li, F., Son, D. I., Cho, S. H., Kim, W. T., Kim, T. W., Flexible photovoltaic cells fabricated utilizing ZnO quantum dot/carbon nanotube heterojunctions, *Nanotechnology*, Vol. 20, No. 15, 155202, 2009.
- [12] Khrenov, V., Klapper, M., Koch, M., Müllen, K., Surface Functionalized ZnO Particles Designed for the Use in Transparent Nanocomposites, *Macromol. Chem. Phys.*, Vol. 206, No. 1, p95-101, 2005.
- [13] Tutorski, I. A., Tkachenko, T. E., Pokidko, B. V., Maliavski, N. I., Sidorov, V. I., Mechanical Properties and Structure of Zinc-Containing Latex-Silicate Composites, *J. Sol-Gel Sci.*, Vol. 26, No. 1, p505-509, 2003.
- [14] Wang, L., Muhammed, M., Synthesis of zinc oxide nanoparticles with controlled morphology, *J. Mater.Chem.*, Vol. 9, No. 11, p2871-2878, 1999.
- [15] Rodríguez-Paéz, J. E., Caballero, A. C., Villegas, M., Moure, C., Durán, P., Fernández, J. F., Controlled precipitation methods: formation mechanism of ZnO nanoparticles, *J. Eur. Ceram. Soc.*, Vol. 21, No. 7, p925-930, 2001.
- [16] Purica, M., Budianu, E., Rusu, E., Danila, M., Gavriá, R., Optical and structural investigation of ZnO thin films prepared by chemical vapor deposition (CVD), *Thin Solid Films*, Vol. 403–404, No. 0, p485-488, 2002.



- [17] Yuan, H., Zhang, Y., Preparation of well-aligned ZnO whiskers on glass substrate by atmospheric MOCVD, *J. Cryst. Growth*, Vol. 263, No. 1–4, p119-124, 2004.
- [18] Kang, Y. C., Park, S. B., Preparation of zinc oxide-dispersed silver particles by spray pyrolysis of colloidal solution, *Materials Letters*, Vol. 40, No. 3, p129-133, 1993.
- [19] Wang, J., Gao, L., Hydrothermal synthesis and photoluminescence properties of ZnO nanowires, *Solid State Commun.*, Vol. 123, No. 3–4, p269-271, 2004.
- [20] Singhai, M., Chhabra, V., Kang, P., Shah, D. O., Synthesis of ZnO nanoparticles for varistor application using Zn-substituted aerosol or microemulsion, *Mater. Res. Bull.*, Vol 32, No. 2, p239-247, 1997.
- [21] Lim, B. P., Wang, J., Ng, S. C., Chew, C. H., Gan, L. M., A Bicontinuous Microemulsion Route to Zinc Oxide Powder, *Ceram. Int.*, Vol. 24, No. 3, p205-209, 1998.
- [22] Inoguchi, M., Suzuki, K., Kageyama, K., Takagi, H., Sakabe, Y., Monodispersed and Well-Crystallized Zinc Oxide Nanoparticles Fabricated by Microemulsion Method, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 91, No. 12, p3850-3855, 2008.
- [23] Cao, G.; Wang, Y., *Nanostructures & nanomaterials: synthesis, properties & Applications*, 2 ed.. Imperial College Press. P61-141, 2004.
- [24] van Dijken, A., Meulenkamp, E. A., Vanmaekelbergh, D., Meijerink, A., The luminescence of nanocrystalline ZnO particles: the mechanism of the ultraviolet and visible emission, *J. Lumin.*, Vol 87–89, No. 0, p454-456, 2000.