

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA**  
**MAESTRÍA Y DOCTORADO EN CIENCIAS E INGENIERÍA**



**“Síntesis e identificación de óxidos binarios y ternarios de Ni, Cu, Zn, y Pb”**

**T E S I S**

**Que para obtener el grado de:  
MAESTRA EN CIENCIAS**

**PRESENTA:**

**Lic. QFB Daniela López Zumaya**

**Director de tesis: Dr. Juan Manuel Quintana Melgoza**

**Co-Director de tesis: Dr. René Obeso Estrella**

**Tijuana Baja California**

**enero de 2024**

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA  
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS E INGENIERÍA

Folio No.359  
Tijuana, B.C., a 19 de enero, 2024

C. Daniela López Zumaya  
Pasante de: Maestría en Ciencias  
Presente

El tema de trabajo y/o tesis para su examen profesional, en la  
Opción TESIS

Es propuesto, por los C. Dr. Juan Manuel Quintana Melgoza y  
Dr. Rene Obeso Estrella


Quienes serán los responsables de la calidad del trabajo que usted presente, referido  
al tema "Síntesis e Identificación de óxidos binarios y ternarios de Ni, Cu, Zn y Pb".

El cual deberá usted desarrollar, de acuerdo con el siguiente orden:

- I. INTRODUCCIÓN
- II. ANTECEDENTES
- III. EXPERIMENTAL
- IV. RESULTADOS
- V. DISCUSIÓN
- VI. CONCLUSIÓN
- VII. BIBLIOGRAFIA
- VIII. APÉNDICES

  
M.C. Roberto Alejandro Reyes Martínez  
Director

  
Dra. Ana Alejandra Ramírez Rodríguez  
Subdirectora

  
Dr. Juan Manuel Quintana Melgoza  
Director De Tesis

  
Dr. Rene Obeso Estrella  
Co-Director De Tesis



Resumen de la tesis por Lic. QFB. Daniela López Zumaya, como requisito para obtener el grado de Maestra en Ciencias. Tijuana Baja California, México. enero de 2024.

**Tema:**

**“Síntesis e identificación de óxidos binarios y ternarios de Ni, Cu, Zn, y Pb”**

**Resumen aprobado por:**



**Dr. Juan Manuel Quintana Melgoza**

**Director de tesis**



**Dr. René Obeso Estrella**

**Co-director de tesis**

En este trabajo de investigación se realizó la síntesis de materiales óxidos binarios y ternarios de Ni, Cu, Zn, y Pb. A partir de nitrato de níquel hexahidratado, nitrato de cobre hemi(pentahidratado), nitrato de zinc hexahidratado y nitrato de plomo en el intervalo de temperatura de 600 °C a 800 °C durante 1 hora con atmósfera de oxígeno. Se identificó las estructuras cristalinas, las morfologías superficiales y se realiza el análisis elemental de los materiales NiO, CuO, ZnO, PbO a partir de las técnicas de identificación por difracción de rayos-X, microscopía electrónica de barrido y espectroscopía por dispersión de energía. Obteniendo un rendimiento de reacción de: 92 % (NiO), 94 % (CuO), 96 % (ZnO), y 99 % (PbO); Tamaño de cristal: 70 Å (NiO), 79 Å (CuO), 107 Å (ZnO), y 66 Å (PbO); Tamaño de partícula: 0.61x0.38 µm (NiO), 0.84x0.60 µm (CuO), 1.03x0.78 µm (ZnO), y 1.0x0.56 µm (PbO).

**Palabras clave:** Síntesis; Óxidos, Níquel, Cobre, Zinc, Plomo, Cristal, Partícula

Abstract of the thesis by Lic. QFB. Daniela López Zumaya, as a requirement to obtain the degree of Master of Science. Tijuana Baja California, Mexico. January 2024.

**Topic:**

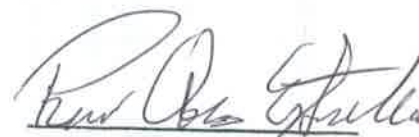
**"Synthesis and identification of binary and ternary oxides of Ni, Cu, Zn, and Pb"**

Abstract approved by:



**Dr. Juan Manuel Quintana Melgoza**

**Thesis director**



**Dr. René Obeso Estrella**

**Thesis co-director**

In this research work, the synthesis of binary and ternary oxide materials of Ni, Cu, Zn, and Pb was carried out. From nickel nitrate hexahydrate, copper nitrate hemi(pentahydrate), zinc nitrate hexahydrate and lead nitrate in the temperature range of 600 °C to 800 °C for 1 hour under oxygen atmosphere. The crystalline structures, surface morphologies and elemental analysis of NiO, CuO, ZnO, PbO materials were identified by X-ray diffraction, scanning electron microscopy and energy dispersive spectroscopy techniques. Obtaining a reaction yield of: 92 % (NiO), 94 % (CuO), 96 % (ZnO), and 99 % (PbO); Crystal size: 70 Å (NiO), 79 Å (CuO), 107 Å (ZnO), and 66 Å (PbO); Particle size: 0.61x0.38 µm (NiO), 0.84x0.60 µm (CuO), 1.03x0.78 µm (ZnO), and 1.0x0.56 µm (PbO).

**Keywords:** *Synthesis; Oxides; Nickel, Nickel, Copper, Zinc, Lead, Crystal, Particle*

## DEDICATORIA

A mis Abuelos, Socorro Ojeda Villavicencio y Héctor Zumaya Urcadiz

**Por ser ejemplo de amor y fortaleza.**

Vivirán por siempre en mi corazón.

*En memoria de Socorro y Héctor †*

## AGRADECIMIENTOS PERSONALES

Agradezco sinceramente a:

Dios por no abandonarme en este proceso del estudio de mi maestría, por darme la paciencia y fuerza para continuar, pero sobre todo por otorgarme el don de la resiliencia.

Mis padres María del Socorro Zumaya Ojeda y Gerardo López Álvarez por ser el pilar de mi vida, por siempre alentarme y apoyarme. Gracias, por todo y, por tanto. Los amo mucho.

Mis tíos Martha Alicia Fuentes García y Oscar Zumaya Ojeda por ser mi apoyo incondicional en Tijuana y en mi vida, gracias por todos los consejos y palabras de aliento para no rendirme.

Mi abuela María Magdalena Álvarez Mendoza por ser una abuela ejemplar, brindarme apoyo y amor incondicional. Ojalá usted fuera eterna, la quiero mucho.

Mis Abuelos Socorro Ojeda Villavicencio y Héctor Zumaya Urcadiz por enseñarme que el verdadero amor existe y trasciende. Porqué la manera que partieron de la vida terrenal me hizo saber de la fuerza que estoy hecha para poder continuar con mis metas.

Mi novio Gerardo Enrique Balcázar Mojardin por el inmenso amor, paciencia y apoyo que me diste en esta etapa, fuiste y eres un pilar importante para lograr esta meta. Gracias por todos tus consejos, y celebrar cada logro conmigo. Te amo mi vida.

Mi hermano Gerardo López Zumaya por demostrarnos con hechos que siempre se puede salir adelante aun a pesar de las adversidades. Te quiero Lalín.

Mi prima Ivone Zumaya Fuentes por ser mi hermana, mi confidente y esa persona que no importa que tan cansada y enfadada se encuentre, siempre estará para apoyarme, escucharme, o atenderme en consulta médica. Te quiero montones.

Mi primo Oscar Zumaya Fuentes por ser mi confidente y cuidarme como una hermanita, gracias por tantas risas y buenos momentos para olvidar los malos ratos, te quiero shino.

## **AGRADECIMIENTOS PERSONALES (continúa)**

Mi primo Oscar Zumaya Fuentes por ser mi confidente y cuidarme como una hermanita, gracias por tantas risas y buenos momentos para olvidar los malos ratos, te quiero shino.

Mi primo Homar Zumaya Fuentes por ser como un hermano y uno de mis ejemplos a seguir, por enseñarme que con disciplina se pueden lograr nuestros sueños y metas. Te quiero posho.

Manuela García Chan por el inmenso amor que me brindo, por ser una persona tan bondadosa y con un enorme corazón. Gracias QEPD Manuelita.

Ma Esther Estolano por apoyarme económicamente cuando requerí una computadora para poder continuar con mis estudios de mi maestría, siempre estaré agradecida con usted.

Mi amiga-cuñada Andrea Balcázar Mojardín por todo ese apoyo y clases de edición, gracias por siempre echarme la mano y ser bien chida conmigo. Te quiero amiga.

A Carlos F. Castillo Ramos por su guía espiritual, gracias padre por sus charlas y consejos.

Dr. Juan Manuel Quintana Melgoza por nuevamente darme la oportunidad de unirme a su equipo de trabajo para la realización de este trabajo de investigación.

Dr. René Obeso Estrella por su contribución en el estudio de los resultados difracción de rayos-X, y por la confianza en la codirección de este trabajo de investigación.

Dra. María Guadalupe Moreno Armenta por su colaboración y contribución en la medición de identificación y caracterización de los materiales sintetizados en este trabajo de tesis.

M.C. Eloisa Aparicio C. Por su apoyo técnico en el análisis por difracción de rayos-X.

Ing. Israel Gradilla M. Por su apoyo técnico en la medición de las muestras por SEM.

Agradezco la contribución a este trabajo de investigación al Comité de Tesis de Maestría en Ciencias integrado por: Dr. Juan Manuel Quintana Melgoza, Dr. René Obeso Estrella, y Dr. Iván Córdova Guerrero, por la oportunidad de trabajar a la par, su disponibilidad y valiosos comentarios para la corrección de este trabajo de tesis.

## AGRADECIMIENTOS INSTITUCIONALES

A mi Alma Mater Universidad Autónoma de Baja California (UABC) campus Tijuana.

A la Facultad de Ciencias químicas e Ingeniería (FCQI) Por el apoyo brindado en infraestructura durante el estudio de mi posgrado.

Al programa de Posgrado Maestría y Doctorado en Ciencias e Ingeniería (MyDCI) por darme la oportunidad de pertenecer a su programa de posgrado.

A la coordinación del Posgrado de Maestría y Doctorado en Ciencias e Ingeniería (MyDCI) Dr. Javier Emmanuel Castillo Quiñones por atender y dar seguimiento a la documentación de mi Maestría en Ciencias.

A director M.C. Roberto A. Reyes Martínez y subdirectora Dra. Ana Alejandra Ramírez Rodríguez por su gran calidad humano.

Al Centro de Nanociencias y Nanotecnología (CNyN) por brindarme la oportunidad de realizar en sus instalaciones la caracterización estructural de los materiales sintetizados por XRD, SEM y EDS a través de Dra. María Guadalupe Moreno Armenta.

A Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico brindado por medio de su beca nacional durante dos años para llevar a cabo mi programa de Maestría en el Posgrado MyDCI.

## CONTENIDO

	<b>Página</b>
I. INTRODUCCIÓN .....	1
I.1. Objetivo general .....	2
I.2. Objetivos específicos .....	2
I.3. Metas .....	2
I.4. Hipótesis .....	2
I.5. Impactos .....	3
1.5.1. Impacto económico .....	3
1.5.2. Impacto social .....	3
1.5.3. Impacto científico .....	3
II. ANTECEDENTES .....	4
II.1 Materiales óxidos .....	4
II.2. Óxidos binarios .....	6
II.2.1. Óxido de Níquel (NiO) .....	6
II.2.2. Óxido de Cobre (CuO) .....	7
II.2.3. Óxido de Zinc (ZnO) .....	8
II.2.4. Plomo (Pb) y Óxido de Plomo (PbO) .....	9
II.3. Métodos de síntesis de los óxidos de Ni, Cu, Zn, y Pb .....	12
II.3.1. Precipitación química de ZnO .....	12
II.3.2. Síntesis química húmeda de ZnO .....	12
II.3.3. Hidrotérmica de CuO .....	13
II.3.4. Solvotérmica de CuO .....	14
II.3.5. Sol-gel de PbO .....	15
II.3.6. Métodos pirolíticos en estado sólido de ZnO .....	16
II.3.7. Descomposición térmica de NiO .....	17

## CONTENIDO (continua)

	<b>Página</b>
II.3.8. Síntesis asistida por microondas de PbO .....	18
II.3.9. Mecanoquímica de ZnO.....	19
II.3.10. Microemulsión de NiO .....	20
II.4. Técnicas de identificación .....	22
II.4.1. Difracción de rayos-X .....	22
II.4.2. Microscopía electrónica de barrido .....	27
II.4.3. Espectroscopía por dispersión de energía.....	28
III. EXPERIMENTAL .....	29
III.1. Síntesis de óxido de níquel .....	29
III.2. Síntesis de óxido de cobre.....	30
III.3. Síntesis de óxido de zinc .....	31
III.4. Síntesis de nitrato de plomo.....	31
III.5. Síntesis de óxido de plomo .....	32
III.6. Análisis por difracción de rayos-X.....	34
III.7. Análisis por microscopía electrónica de barrido .....	35
IV. RESULTADOS .....	36
IV.1. Difracción de rayos-X .....	36
IV.2. Espectroscopía por dispersión de energía.....	42
IV.3. Microscopía electrónica de barrido .....	46
V. DISCUSIÓN .....	49
V.1. Difracción de rayos-X.....	49
V.2. Espectroscopía por dispersión de energía .....	57
V.3. Microscopía electrónica de barrido.....	57

## CONTENIDO (continua)

	<b>Página</b>
VI. CONCLUSIÓN .....	59
VII. BIBLIOGRAFÍA .....	60
VIII. APÉNDICES .....	67
Apéndice 1. Metodología de la síntesis de óxido níquel-plomo $Ni_xPb_yO_z$ .....	67
Apéndice 2. Síntesis de óxido cobre-plomo $Cu_xPb_yO_z$ .....	67
Apéndice 3. Síntesis de óxido zinc-plomo $Zn_xPb_yO_z$ .....	68
Apéndice 4. Difracción de rayos-X de óxidos ternarios .....	69
Apéndice 5. Espectroscopía por dispersión de energía de óxidos ternarios .....	72
Apéndice 6. Microscopía electrónica de barrido de óxidos ternarios .....	79
Apéndice 7. Análisis de Scherrer .....	83
Apéndice 8. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 44-1159 para NiO .....	84
Apéndice 9. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 45-0937 para CuO .....	85
Apéndice 10. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 36-1451 para ZnO .....	86
Apéndice 11. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 36-1462 para $Pb(NO_3)_2$ .....	87
Apéndice 12. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 05-0561 para $\alpha$ -PbO .....	88
Apéndice 13. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 88-1589 para $\beta$ -PbO .....	90
Apéndice 14. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 040-0657 para $Cu_2PbO_2$ .....	92
Apéndice 15. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 07-0028 para $Cu_6PbO_8$ .....	93
Apéndice 16. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 23-1497 para $Zn_xPb_{1-x}O$ .....	94
Apéndice 17. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 23-1496 para $Zn_2PbO_4$ .....	95
Apéndice 18. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 19-0697 para $Pb_{12}O_{19}$ .....	96

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura</b>	<b>Página</b>	
1	Esquematación para la producción de rayos-X en un átomo con series de transición K, L, M y N correspondientes a los niveles de energía $n=1, 2, 3, 4$ .	23
2	Esquema del funcionamiento de un difractómetro.	27
3	Esquema de reacción para la síntesis de nitrato de plomo a partir de Pb.	32
4	Horno eléctrico marca Lindberg Blue M.	33
5	Sistema de reacción utilizado para la síntesis de NiO, CuO, ZnO, y PbO.	33
6	Difractómetro de rayos-X marca Philips, modelo X'pert.	34
7	Microscopio electrónico de barrido marca JEM Jeol 5300 JSM.	35
8	Patrón de difracción del material sintetizados de óxido de níquel (NiO) a 600 °C y patrón de referencia con número de tarjeta JCPDS–ICCD 044-1159.	36
9	Patrón de difracción del material sintetizados de óxido de cobre (CuO) a 600 °C y patrón de referencia con número de tarjeta JCPDS–ICCD 044-0937.	37
10	Patrón de difracción del material sintetizados de óxido de zinc (ZnO) a 600 °C y patrón de referencia con número de tarjeta JCPDS–ICCD 036-1451.	38
11	Patrón de difracción del material sintetizados de nitrato de plomo $Pb(NO_3)_2$ y patrón de referencia con número de tarjeta JCPDS–ICCD 036-1462.	39
12	Patrón de difracción del material de PbO a 600 °C y patrones de referencia reportada con números de tarjetas JCPDS–ICCD 05-0561 y 88-1589.	40
13	Espectro por EDS del material óxido de níquel sintetizado a 600 °C, presentando señales correspondientes a níquel, y oxígeno.	42

## LISTA DE FIGURAS (continúa)

<b>Figura</b>		<b>Página</b>
14	Espectro por EDS del material óxido de cobre sintetizado a 600 °C, presentando señales correspondientes a cobre, y oxígeno.	43
15	Espectro por EDS del material óxido de zinc sintetizado a 600 °C, presentando señales correspondientes a zinc, y oxígeno.	43
16	Espectro por EDS de óxido de plomo sintetizado a 600 °C.	44
17	Espectro por EDS de nitrato de plomo.	44
18	Micrografía por SEM de óxido de níquel sintetizado a 600 °C.	46
19	Micrografía por SEM de óxido de cobre sintetizado a 600 °C.	46
20	Micrografía por SEM de óxido de zinc sintetizado a 600 °C.	47
21	Micrografía por SEM de óxido de plomo sintetizado a 600 °C.	47
22	Micrografía por SEM de material sintetizado de nitrato de plomo.	48
23	Celda unitaria tipo trigonal de NiO simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-35925).	51
24	Celda unitaria tipo monoclinica de CuO simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-704645).	52
25	Celda unitaria tipo hexagonal de ZnO simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-2133).	53
26	Celda unitaria tipo cúbica de Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-20820).	54
27	Celda unitaria tipo tetragonal de α-PbO simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-19921).	55

## LISTA DE FIGURAS (continúa)

<b>Figura</b>		<b>Página</b>
28	Celda unitaria tipo Ortorrómico de $\beta$ -PbO simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-20870).	56
29	Patrones de XRD de los materiales óxidos ternarios de níquel-plomo sintetizados a 600 °C, 700, °C y 800 °C.	69
30	Patrones de XRD de los materiales óxidos ternarios de cobre-plomo sintetizados a 600 °C, 700, °C y 800 °C.	70
31	Patrones de XRD de los materiales óxidos ternarios de zinc-plomo sintetizados a 600 °C, 700, °C y 800 °C.	71
32	Espectro por EDS de óxido níquel plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 600 °C.	72
33	Espectro por EDS de óxido níquel plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 700 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, níquel, y antimonio.	73
34	Espectro por EDS de óxido níquel plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 800 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, níquel, aluminio, y silicio	74
35	Espectro por EDS de óxido cobre plomo ( $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 600 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, y cobre.	75
36	Espectro por EDS de óxido cobre plomo ( $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 700 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, cobre, antimonio, y aluminio.	76
37	Espectro por EDS de óxido cobre plomo ( $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 800 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, cobre, aluminio, y silicio.	76
38	Espectro por EDS de óxido zinc plomo ( $\text{Zn}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 600 °C.	77

**LISTA DE FIGURAS (continúa)**

<b>Figura</b>		<b>Página</b>
39	Espectro por EDS de óxido zinc plomo ( $Zn_xPb_yO_z$ ) sintetizado a 700 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, zinc, antimonio, y aluminio.	78
40	Espectro por EDS de óxido zinc plomo ( $Zn_xPb_yO_z$ ) sintetizado a 800 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, zinc, aluminio, y silicio.	78
41	Micrografía por SEM de $Ni_xPb_yO_z$ sintetizado a 600 °C.	79
42	Micrografía por SEM de $Ni_xPb_yO_z$ sintetizado a 700 °C.	79
43	Micrografía por SEM de $Ni_xPb_yO_z$ sintetizado a 800 °C.	80
44	Micrografía por SEM de $Cu_xPb_yO_z$ sintetizado a 600 °C.	80
45	Micrografía por SEM de $Cu_xPb_yO_z$ sintetizado a 700 °C.	81
46	Micrografía por SEM de $Cu_xPb_yO_z$ sintetizado a 800 °C.	81
47	Micrografía por SEM de $Zn_xPb_yO_z$ sintetizado a 600 °C.	82
48	Micrografía por SEM de $Zn_xPb_yO_z$ sintetizado a 700 °C.	82
49	Micrografía por SEM de $Zn_xPb_yO_z$ sintetizado a 800 °C.	82

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla</b>		<b>Página</b>
1	Propiedades y aplicaciones de los materiales óxidos.	5
2	Participación porcentual de la producción mundial de Pb en el año 2020.	9
3	Valores de dosis letal (LD50) de las diversas fases de plomo.	10
4	Principales fuentes de exposición al plomo.	11
5	Características de las fases más comunes de óxidos de plomo.	11
6	Condiciones experimentales de los métodos de síntesis reportados para la obtención de óxidos de Ni, Cu, Zn, y Pb.	21
7	Siete sistemas cristalinos y catorce redes de Bravais.	25
8	Valores obtenidos en $2\theta$ a partir de los análisis por XRD, experimentales y reportadas así como el porcentaje (%) de intensidad reportados.	41
9	Señales obtenidas en el análisis por EDS de los materiales sintetizados.	45
10	Cálculo del tamaño promedio de partícula (TPP) de NiO, CuO, ZnO, PbO y $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , obtenidos experimentalmente, ver las figuras 18, 19, 20, 21 y 22.	48
11	Cálculo del tamaño promedio de cristal de NiO, CuO, ZnO, PbO y $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , obtenidos a partir de sus difractogramas, ver las figuras 8, 9, 10, 11 y 12.	50

## LISTA DE ABREVIATURAS, ACRÓNIMOS Y SÍMBOLOS

H <sub>2</sub> O	agua	∅	diámetro
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	alúmina	SO <sub>x</sub>	dióxido de azufre
Å	ángstrom	CO <sub>2</sub>	dióxido de carbono
α, β, γ	ángulos de celda unitaria	NO <sub>2</sub>	dióxido de nitrógeno
θ	ángulo de difracción	°C	grados Celsius
Ar	argón	g	gramo
BET	Brunauer, Emmett y Teller	CH	hidrocarburos
<i>EI</i>	calor de adsorción	H	hidrógeno
<i>EL</i>	calor molar de licuefacción	NaOH	hidróxido de amonio
K	capa K	NaOH	hidróxido de sodio
L	capa L	He	helio
M	capa M	JCPS	joint Committee on powder diffraction standards
N	capa N	h	hora
CAT	catalizador	IUC	international union of crystallography
cm	centímetro	J	joules
Cu	cobre	K	kelvin
Cr	cromo	KeV	kiloelectronvolt
BSE	detector de electrones retrodispersados	kg	kilogramo
σ	desviación estándar	kV	kilovoltio
SE	detector de electrones secundarios	λ	lambda
XRD	difracción de rayos-X	Li	litio

MHz	megahercio	CrO <sub>3</sub>	óxido de cromo (VI)
m	metro	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	óxido de cromo (III)
SEM	microscopia electrónica barrido	FeO	óxido de hierro (II)
TEM	microscopia electrónica transmisión	MnO	óxido de manganeso
µm	micrómetro	NiO	óxido de níquel
mA	miliamperio	PbO	óxido de plomo
mg	miligramo	ZnO	óxido de zinc
mL	milímetro	O	oxígeno
mm	milímetros	a, b, c	parámetros de celda unitaria
min	minuto	Ag	Plata
CO	monóxido de carbono	Pb	Plomo
nm	nanómetro	%	por ciento
NPs	nanopartículas	RSU	residuos sólidos urbanos
n <sup>0</sup>	neutrón	rpm	revoluciones por minuto
Ni	níquel	Torr	torr
N <sub>2</sub>	nitrógeno	CuKα	transición Kα al cobre
N	normalidad	u a	unidades arbitrarias
POX	oxidación parcial	W	watts
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	óxido de aluminio	X	radiación-X
SO <sub>x</sub>	óxido de azufre	Zn	<u>zinc</u>
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	óxido de bismuto (III)	ZrO <sub>3</sub>	óxido de circonio (III)
CaO	óxido de calcio		
CuO	óxido de cobre		

## I. INTRODUCCIÓN

El constante crecimiento de la población, la industrialización, y la urbanización ha traído consigo la acumulación de residuos provenientes de las actividades humanas, mismos que llegan a permanecer en la atmósfera días, décadas o incluso hasta siglos en forma de residuo o gas contaminante. Sin embargo, la contaminación por residuos sólidos es de vital importancia porque incide negativamente en la salud de la población, y de la biodiversidad en general, por lo que su efecto puede verse reflejado en la disminución de la calidad de vida, reducir la productividad y tener impactos no deseados en la economía. El plomo pertenece a los residuos peligrosos que debido a su toxicidad causa graves problemas de salud. Su uso principal es para la composición de baterías de almacenamiento de energía (terminales de baterías). La producción mundial de Pb para el año 2018 fue de 4.4 millones de toneladas, y su uso principal es en la fabricación de baterías [1, 2, 3]. Los materiales óxidos se consideran potencialmente excelentes catalizadores por sus diversas propiedades: ópticas, eléctricas, químicas o catalíticas, que dependen en gran medida del método de síntesis, estructura cristalina, morfología, composición, defectos intrínsecos, dopaje [4]. En este trabajo de investigación se estudia la síntesis de los materiales: óxido de níquel, óxido de cobre, óxido de zinc, y óxido de plomo, utilizando nitrato de níquel hexahidratado, nitrato de cobre (hemi)pentahidratado, nitrato de zinc hexahidratado y nitrato de plomo a la temperatura de reacción de 600 °C durante una hora con atmósfera oxidante. Los materiales obtenidos se identifican por las técnicas de difracción de rayos-X (XRD, del inglés X-Ray Diffraction), microscopía electrónica de barrido (SEM; del inglés Scanning Electron Microscopy) y espectroscopía por dispersión de energía (EDS; del inglés Energy-Dispersive Spectroscopy).

### **I.1. Objetivo general**

Realizar la síntesis de óxidos binarios de Ni, Cu, Zn y Pb a partir de nitrato de níquel hexahidratado, nitrato de cobre hidratado, nitrato de zinc hexahidratado y nitrato de plomo a la temperatura de 600 °C, sometidos en un horno eléctrico por 1 hora con atmósfera oxidante.

### **I.2. Objetivos específicos**

- I.2.1. Realizar la síntesis de óxido de níquel (NiO)
- I.2.2. Realizar la síntesis de óxido de cobre (CuO)
- I.2.3. Realizar la síntesis de óxido de zinc (ZnO)
- I.2.4. Realizar la síntesis de nitrato de plomo (Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)
- I.2.5. Realizar la síntesis de óxido de plomo (PbO)
- I.2.6. Identificar la fase cristalina de los óxidos de NiO, CuO, ZnO, y PbO por XRD
- I.2.7. Realizar el análisis elemental de los óxidos de NiO, CuO, ZnO, y PbO por EDS
- I.2.8. Analizar la morfología superficial de los óxidos de NiO, CuO, ZnO, y PbO por SEM

### **I.3. Metas**

- 1.3.1. Obtener el título de Maestra en Ciencias al finalizar este trabajo de investigación.
- 1.3.2. Presentar los resultados de esta investigación en un congreso nacional.
- 1.3.3. Publicar los resultados de esta investigación en una revista arbitrada.

### **I.4. Hipótesis**

Los materiales de NiO, CuO, ZnO, y PbO pueden sintetizarse a partir de los nitratos de níquel, cobre, zinc, y plomo por medio de la metodología de descomposición térmica a la temperatura de reacción de 600 °C durante 1 hora con atmósfera oxidante.

## **1.5. Impactos**

### **1.5.1. Impacto económico**

En los últimos años, la investigación en materiales óxidos ha desarrollado muchas estrategias y enfoques innovadores para hacer frente a la lucha contra diversas problemáticas como lo son en la detección de contaminantes, estrategias en otras aplicaciones como la producción, conversión y almacenamiento de energía. Con la producción de materiales óxidos con diversas aplicaciones catalíticas se obtiene un ahorro económico considerando que aumenta los procesos industriales, debido a sus excelentes capacidades para acelerar la velocidad de las reacciones con bajo costo, alta conversión y selectividad.

### **1.5.2. Impacto social**

Con la producción de materiales óxidos a partir de la acumulación de un residuo sólido urbano como es el plomo proveniente de las terminales de baterías, con contribuye a la reducción de contaminantes tóxicos por Pb y con ello una menor afectación a la salud principalmente por enfermedades respiratorias, neurocognitivas y cardíacas lo que significa una mejor calidad de vida.

### **1.5.3. Impacto científico**

La ciencia de los materiales va en ascenso, debido a que ciertos materiales son potencialmente catalíticos y desempeñan un papel importante en la producción de más del 80% de todos los productos químicos del mundo. El uso de materiales catalíticos para lograr energía sustentable significa una expansión de los mercados donde se comercializan y producen las energías alternativas. Este trabajo de investigación puede contribuir al desarrollo científico para la producción de materiales óxidos.

## II. ANTECEDENTES

### II.1 Materiales óxidos

Los materiales óxidos son la combinación de un elemento con el oxígeno y constituyen una clase muy diversa de compuestos con propiedades que abarcan casi todos los aspectos de la física y ciencia de los materiales [5]. Desempeñan un papel fundamental en la recuperación del medio ambiente, la detección de contaminantes, y también son estratégicos en otras aplicaciones como la producción, conversión y almacenamiento de energía [6]. Los óxidos pueden ser tanto superconductores como aislantes, estos materiales presentan una gran variedad de propiedades: ópticas, eléctricas, químicas o catalíticas, que dependen en gran medida del método de síntesis, estructura cristalina, morfología, composición, defectos intrínsecos, dopaje, etc. Una de las características particulares de los materiales óxidos es su estructura electrónica (electrones en la banda  $d$ ) y la presencia de una gran brecha en la banda de energía (*Eg del inglés band gap*), permitiéndoles obtener una gran flexibilidad en la movilidad de sus electrones cambiando las propiedades ópticas, magnéticas y de conductividad eléctrica, por esto, es posible alterar su morfología y propiedades químicas (por introducción de elementos como impurezas dentro de la matriz original a través de cationes o aniones huéspedes) ampliando sus aplicaciones en diversos sectores [7]. Las propiedades masivas de los materiales óxidos binarios ya se conocen bastante bien, actualmente existen excelentes artículos científicos y libros que tratan la termodinámica, la estructura (y sus aspectos no estequiométricos, que son muy importantes para los óxidos), la espectroscopía, las propiedades mecánicas y de transporte, en la tabla 1 se muestran las propiedades y aplicaciones de los principales óxidos binarios. Sin embargo, actualmente se están investigando intensamente las propiedades de óxidos aún más complejos, como los óxidos ternarios y cuaternarios, en parte debido a la superconductividad que estos óxidos presentan [8]. En la química inorgánica se utiliza la siguiente reacción general para la

formación de óxidos:  $E^xO^{2-} \rightarrow E_2O_x$ , Donde: x es el número de oxidación del elemento y -2 corresponde al número de oxidación del oxígeno. Los óxidos a partir de metales se pueden obtener por medio de la pirólisis del nitrato o de otras sales oxo, como por ejemplo: El CuO cristalino de color negro se obtiene por la pirólisis del nitrato  $Cu(NO_3)_2$  al aplicar temperatura se descompone a  $Cu_2O$ . Se obtiene el hidróxido, como un precipitado voluminoso de color azul, por la adición de un hidróxido alcalino a soluciones cúpricas; al calentar las suspensiones el hidróxido se deshidrata para producir el óxido (CuO) [9,10].

**Tabla 1. Propiedades y aplicaciones de unos materiales óxidos [8].**

Óxidos	Propiedad	Aplicación
$Al_2O_3$ , $CeO_2$	Dureza	Abrasivo
$TiO_2$ , $CeO_2$ , $PbO$ , $NiO$ , $CuO$ , $ZnO$	Catalizador	Depuración de aire y agua
$M^o/Al_2O_3$ ( $M^o = Cu, Ag, Au, Pt, Pd$ )	Catalizadores redox	Catalizador de tres vías para tubos de escape de automóviles
$NiO$ , $TiO_2$ , $CuO$ , $ZnO$	Fotocatalizador	Oxidación de la materia orgánica
$TiO_2$ , $ZnO$	Absorción de la luz UV-Vis	Fotocatalizador, protector solar y pintura
$MTi/ZrO_3$ ( $M = Ca, Sr, Ba, Pb$ )	Dielectrico	Sensores
$\gamma-Fe_2O_3$ , $BaFe_{12}O_{19}$ , $MFe_2O_4$	Superparamagnético	Detección de cáncer, sensores
$TiO_2$ , $Cr_2O_3$ , $CuO$ , $ZnO$ , $PbO$	Color	Pigmentos de cerámica
$Eu^{3+}/Y_2O_3$	Luminiciencia	Lámpara fluorescente, televisión
$Al_2O_3$ , $ZrO_2$ , mullita, cordierita	Refractario	Cerámica
$MgO$ , $CaO$ , $ZnO$	Absorbente	Desfluoración
YSZ ( $Y_2O_3-ZrO_2$ )	Electrolito	Pilas de combustible
Ni/YSZ	Ánodo	

## II.2. Óxidos binarios

### II.2.1. Óxido de Níquel (NiO)

El níquel fue descubierto en el año de 1751 por Axel Cronstendt, mientras realizaba experimentos calentando un mineral de color verde junto con carbón vegetal y obtuvo un metal que era atraído por un imán [11]. El níquel (Ni) en su estado puro es un metal duro, color blanco-plateado y puede combinarse con otros metales, como hierro, cobre, cromo, zinc para formar aleaciones. Posee cuatro estados de oxidación, Ni (+1), (+2), (+3) y (+4), aunque los compuestos de níquel con un estado de oxidación de (+4) son raros e inestables. El óxido de níquel (NiO) níquel es estable desde el punto de vista químico, NiO tiene una amplia brecha de banda intrínseca de  $\sim 3.6$  eV, y posee una elevada conductividad eléctrica, así como excepcionales características (ópticas, electrónicas y magnéticas), tiene una estructura ultrafina con un tamaño uniforme y una buena dispersión, cristaliza en un sistema cúbico centrado en las caras (FCC) [12]. El NiO es un material muy atractivo debido a sus amplias aplicaciones catalíticas, fotocatalíticas, electrocrómicas, baterías, aplicaciones de detección química, fabricación de materiales magnéticos, sensores de gas, etc. El polvo nanocrystalino de NiO muestra un efecto de superparamagnetismo que puede utilizarse como agente de resonancia magnética y en la administración de fármacos [13]. Sin embargo, dichas aplicaciones pueden mejorarse reduciendo el tamaño de las partículas. Por lo que se requiere un control preciso del tamaño y la distribución en la región nanométrica. Con el paso de los años se han realizados diversas técnicas para la síntesis de NiO, como: sol-gel, coprecipitación, hidrotérmal, solvotérmica, plasma de arco anódico, sonoquímica, pirólisis por microondas, descomposición térmica, microemulsión y precipitación química [14].

### II.2.2. Óxido de Cobre (CuO)

El cobre fue de los primeros metales utilizados por el hombre, extraído en su forma de cobre nativo, utilizado para sistemas de plomería en las pirámides egipcias y reforzar barcos como los que utilizó Cristóbal Colón, entre otras aplicaciones. Pero fue hasta el siglo XX que el cobre se transforma en uno de los metales más utilizados en el mundo [15]. La tenorita es un óxido mineral de cobre (CuO), este se produce en la intemperie que se forma del sublimado volcánico y tiene un color gris opaco, la tenorita cristaliza en el sistema monoclinico. Actualmente el óxido de cobre es de gran interés por sus novedosas propiedades y su amplio potencial en aplicaciones catalíticas, fotocatalíticas, energéticas (como su uso en celdas solares y electrodos para baterías), electrónicas y ambientales [16, 17]. Sin embargo, la malaquita es otro mineral de óxido de cobre común y con mayores reservas. Suele estar asociada a minerales que contienen cobre, como la calcosina y la azurita. La fórmula química de la malaquita es  $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ , y su fracción másica teórica de cobre es del 57.57 %. Los cristales de malaquita pertenecen al sistema monoclinico, y los tipos de cristales de malaquita son principalmente columnares, aciculares y fibrosos. Las especies de cobre en la estructura cristalina de la malaquita son Cu (I) y Cu (II). El número de coordinación del Cu es 4; el Cu (I) está rodeado por 2 grupos  $\text{OH}^-$  y 4 grupos  $\text{O}^{2-}$ , y el Cu(II) está rodeado por 4 grupos  $\text{OH}^-$  y 2  $\text{O}^{2-}$  [18, 19]. El óxido de cobre se ha sintetizado para su estudio en sus diversas formas, como: nanocintas, nanohilos, nanovarillas, nanoagujas, nanoflores y nanopartículas. Explorando el potencial que posee el CuO en los campos de la catálisis, la detección cerámica, baterías, medios de almacenamiento magnético, energía solar, superconductores, energía y ambiente, etc [20].

### II.2.3. Óxido de Zinc (ZnO)

El zinc fue reconocido como un nuevo metal en 1746 por Andreas Marggraf, aunque siglos antes de ser descubierto en su forma metálica y se empleaban para la fabricación de latón y sus compuestos para el tratamiento de heridas [21, 22]. El óxido de zinc puede existir en tres tipos de estructura cristalina: sal gema, wurtzita y esfalerita (cúbica). El ZnO con estructura de sal gema se obtiene a una alta presión, y es muy raro en la naturaleza; la esfalerita se mantiene estable a presión y temperatura ambiente; el óxido de zinc con estructura de wurtzita tiene la mayor estabilidad termodinámica y es común en la naturaleza. La wurtzita está formada por un átomo de zinc y uno de oxígeno que cristaliza en el sistema hexagonal compacto (HCP) cada átomo de zinc se encuentra rodeado por un tetraedro de cuatro átomos de oxígeno y viceversa [23, 24]. El ZnO no es tóxico, es un material semiconductor formado por elementos del grupo 12 ( $Zn_{30}$ ) y VI ( $O_8$ ) de la tabla periódica. Es empleado en la catálisis heterogénea para solucionar o disminuir distintos problemas de contaminación ambiental, debido a que tiene la capacidad de oxidar algunos compuestos orgánicos [25]. Las nanopartículas de óxido de zinc poseen valiosas características físicas y químicas, como lo es: una gran estabilidad química, un amplio espectro de absorción de radiación, un alto coeficiente de acoplamiento electroquímico y una gran fotoestabilidad con la fórmula molecular ZnO. Las nanopartículas de ZnO se han fabricado y utilizado ampliamente en diversos productos comerciales y aditivos, como: cerámica, cemento, plásticos, vidrio, ungüentos, lubricantes, adhesivos, sellantes, pigmentos, baterías, ferritas, retardantes del fuego, cosméticos y protectores solares, así como en alimentos como fuente de nutrientes de zinc. Además demuestra importantes capacidades antibacterianas debido a su pequeño tamaño, que puede estimular diferentes mecanismos bactericidas una vez dentro de la célula bacteriana, incluyendo la superficie bacteriana o el núcleo bacteriano [26].

#### II.2.4. Plomo (Pb) y Óxido de Plomo (PbO)

El plomo es uno de los metales más utilizados por el hombre desde la antigüedad, se estima que la civilización egipcia utilizaba este metal hace más de 6.000 años. Los antiguos egipcios fueron los primeros en utilizar minerales de plomo, como: la galena (PbS), cerusita (PbCO<sub>3</sub>) y anglesita (PbSO<sub>4</sub>) para la fabricación de cosméticos, una aplicación que se extendió hasta la antigua Grecia, para las plomadas de las redes de pesca, vidrios, esmaltes y para los ornamentos [27]. El Plomo (Pb) pertenece al grupo 14 de la tabla periódica con número atómico 82 y posee dos estados de oxidación comunes, Pb (+4) y Pb (+2). Este metal pesado, de color grisáceo, maleable y suave, no se encuentra en su forma elemental en la naturaleza. Sin embargo, en la industria existen dos principales categorías de producción: (1) primaria, se obtiene a partir de minerales extraídos como lo son PbS, PbCO<sub>3</sub>, PbSO<sub>4</sub> y (2) secundaria, se obtiene a partir de materiales chatarra. En el año 2020 se produjeron 4.63 millones de toneladas, la crisis generada por la pandemia provocó una caída de 4.2 % con respecto al año anterior, de acuerdo con los datos del Mineral Commodity Summaries (USGS por sus siglas en inglés) [28, 29]. México se localiza en la tercera posición de los principales países productores de Pb extraído mundialmente, siendo China el principal productor de este metal con un volumen de 1,900 toneladas. Ver tabla 2.

**Tabla 2. Participación porcentual de la producción mundial de Pb en el año 2020 [28].**

País	Porcentaje
China	41.0
Australia	10.4
México	10.1
Estados Unidos	6.3
Perú	5.2
Rusia	4.8
Otros	22.3

El uso de plomo se atribuye a sus propiedades como: la suavidad, la maleabilidad, ductilidad, conductibilidad y la resistencia a la corrosión. Este metal es ampliamente utilizado

en baterías de almacenamiento, terminales para baterías, pigmentos, municiones, cables, principalmente. Sin embargo, debido a su naturaleza no biodegradable y a su uso continuo, representa un peligro creciente en el medio ambiente debido a su toxicidad, ver tabla 4 [30, 31]. La exposición al plomo puede afectar adversamente al sistema nervioso, inmunológico, reproductivo, cardiovascular hasta llegar a causar la muerte en exposiciones prolongadas. La vida media del plomo en el tejido cerebral es de aproximadamente 2 años y en los huesos persiste durante 20 a 30 años, en mujeres embarazadas se ha reportado que cruza la placenta y la barrera hematoencefálica, por lo que el plomo daña la función neurocognitiva en bebés y niños pequeños generando problemas de conducta, disminución del coeficiente intelectual y del aprendizaje [32]. El grado de toxicidad de las sustancias químicas se mide a partir de la dosis letal media (LD<sub>50</sub>) es decir, la estimación estadística de la cantidad de sustancia tóxica necesaria para matar al 50 por ciento de una población representativa de la especie experimental. Se expresa en mg/kg o miligramos de sustancia por kilogramo de peso corporal. La dosis letal media (LD<sub>50</sub>) reportado para Pb, Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> y PbO son 400, 2250 y 2000 mg/kg, respectivamente. Es claro que el plomo metálico es cinco veces más tóxico que el óxido de plomo, ver tabla 3. Por lo tanto, el reciclaje de plomo, principalmente plomo metálico es un tema de suma importancia, no solo para la protección del ambiente y seres vivos, sino para la recuperación de este metal valioso, debido a que no ha sido alcanzable encontrar un sustituto con estas características y propiedades, ver tabla 4 [33, 34].

**Tabla 3. Valores de dosis letal (LD<sub>50</sub>) de las diversas fases de plomo [34-37].**

Fase	LD <sub>50</sub> (mg/kg)	Vía de Administración
Pb	400	Oral en Rata
Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	2,250	Dérmico en Rata
PbO	> 2,000	Dérmico en Rata
Pb <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	630	Intraperitoneal en Rata
PbO <sub>2</sub>	220	Intraperitoneal en Cerdo de Guinea

**Tabla 4. Principales fuentes de exposición al plomo [38].**

<b>Procesos industriales</b>	Baterías plomo-ácido, materiales de plomería, cables de revestimiento, pinturas, esmaltes, municiones y gasolina.
<b>Tabaquismo/alimentación</b>	Fumadores activos. Alimentos contaminados con polvo, hortalizas en suelos contaminados.
<b>Agua potable</b>	Sistemas que contienen tuberías de plomo, soldaduras, accesorios o agua que ha estado en contacto con plomo.
<b>Fuentes domésticas</b>	Juguetes, medicinas tradicionales, cosméticos, pintura de las paredes de casas antiguas y polvo.

Los óxidos de plomo presentan un conjunto de propiedades químicas y físicas, son compuestos muy atractivos debido a sus numerosas fases que tienen dos formas polimórficas y una amplia banda de energía. Es un importante material industrial debido a sus propiedades electrónicas, mecánicas, catalíticas, ópticas y sus potenciales aplicaciones en nanodispositivos. La tabla 5 se muestran las características de las fases más comunes que presenta el óxido de plomo [39].

**Tabla 5. Características de las fases más comunes de óxidos de plomo.**

<b>Fases</b>	<b>Valencias Pb (+)</b>	<b>Estructuras Cristalinas</b>	<b>Aplicaciones</b>
$\alpha$ -PbO	II	Tetragonal	Biosensores
$\beta$ -PbO	II	Ortorrómico	Células solares
Pb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	III	Monoclínico	Fotocatálisis
Pb <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	II, IV	Tetragonal	Celdas de litio
$\alpha$ -PbO <sub>2</sub>	IV	Ortorrómico	Electrodos
$\beta$ -PbO <sub>2</sub>	IV	Tetragonal	Aguas residuales

## **II.3. Métodos de síntesis de los óxidos de Ni, Cu, Zn, y Pb**

### **II.3.1. Precipitación química de ZnO**

El método de precipitación es una técnica apropiada para sintetizar materiales óxidos de forma práctica y económica. La precipitación química se basa en utilizar un reactivo precipitante, por ejemplo, los más utilizados son: NaOH, NH<sub>4</sub>OH, y CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> en la solución acuosa del precursor. La solución acuosa del precursor y el precipitado resultante se reduce a altas temperaturas y posteriormente se convierte en los óxidos correspondientes.

Aunque este método de síntesis da lugar a nanopartículas de pequeño tamaño con una distribución estrecha, y gran pureza, también puede generar nanopartículas con escasa cristalinidad, aumentando el riesgo de contaminación, por ello se requiere esencialmente un buen control y evaluación de los parámetros experimentales [40].

A continuación, se describe un método reportado para llevar a cabo la síntesis de óxido de zinc: Se disolvieron 2.28 g de nitrato de zinc hexahidratado en 75 ml de agua desionizada y, a continuación, se añadieron gota a gota 0.6 g de NaOH en 150 ml de agua desionizada bajo agitación magnética. Una vez completada la adición, se continuó la agitación durante 30 min y después se enfrió con agua fría. Los precipitados se filtraron y se lavaron con agua pura varias veces. A continuación, los precipitados obtenidos se secaron a 60 °C durante 24 h y se calcinaron a 200 °C durante 2 h [41].

### **II.3.2. Síntesis química húmeda de ZnO**

La técnica de síntesis química húmeda se basa en el mismo principio de precipitación química, pero añadiendo un aditivo para estabilizar las nanopartículas formadas. Sin embargo, el control de tamaño y forma de las nanopartículas se obtiene a partir del agente

estabilizador, reactivo utilizado en el sistema, mecanismo de reacción del precursor, la correlación con la velocidad de crecimiento y la velocidad de nucleación. La síntesis húmeda se utiliza para la formación de ZnO, con almidón como agente estabilizador. Sin embargo, el método de química húmeda, también es utilizada para síntesis de otros óxidos, como: CeO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, MgO, NiO, ZrO y CdO [42].

A continuación, se describe un método reportado para llevar a cabo la síntesis de óxido de zinc: Se utilizó acetato de zinc como material de partida, con óxido de praseodimio y cloruro de cobalto como aditivos. Se mezcló una solución de etanol del material con los aditivos en un matraz separable y se agitó durante 2 horas a 70 °C. Los aditivos se disolvieron en etanol por evaporación y secado, después de disolverlos en una solución de ácido clorhídrico. La precipitación se realizó añadiendo dihidratos de ácido oxálico. El precursor de óxido de zinc se obtuvo por filtración y secado a 160 °C del precipitado. Se prepararon dos tipos de muestra por el método químico húmedo, un precursor con calcinación a 500 °C durante 2 horas y otro seco sin calcinación [43].

### **II.3.3. Hidrotérmica de CuO**

La síntesis de óxidos a partir de la técnica hidrotérmica, se basa en reacciones químicas, específicamente una solución acuosa, sellada en una autoclave de acero inoxidable con línea de teflón, junto con un agente precipitante (NaOH) añadiendo previamente gota a gota para alcanzar el pH deseado. Posteriormente, el autoclave se mantiene a una temperatura constante (intervalo de 80 a 200 °C) durante un tiempo determinado (de 1 a 20 h), seguido de varias etapas de lavado, para finalmente, realizar un recocido del material. Este método

logra un control sobre la morfología y tamaño de partícula. Sin embargo, los tiempos de reacción son largos y se requieren varios pasos de postprocesado [44].

A continuación, se describe un método reportado para llevar a cabo la síntesis de óxido de cobre: En un vaso de precipitados se preparó una solución de precursor de cobre, añadiendo 0.2 M de  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  y 0.4 M de hidróxido sódico disuelto en 40 ml de agua destilada. Bajo agitación constante, la solución acuosa de NaOH se mezcló gota a gota con la solución anterior. El pH de la solución final se mantuvo en 10. La solución final se introdujo en el autoclave de acero inoxidable. La síntesis hidrotermal se mantuvo a 105, 120 y 150 °C durante 12 horas. El precipitado obtenido de color negro se lavó varias veces con agua desionizada y acetona para eliminar todas las impurezas. Tras completar la reacción, los productos finales se filtraron y se secaron a 750 °C durante 6 horas [45].

#### **II.3.4. Solvotérmica de CuO**

El método de síntesis solvotérmica es similar al método hidrotérmico, a excepción que en lugar de agua se utilizan otros disolventes. En esta técnica el autoclave se opera en un rango de temperatura de 100 a 1000 °C y un rango de presión de 1 a 10,000 bar. Los disolventes utilizados suelen ser dietanolamina, etanol, metanol, 1,4-butanodiol, tolueno y etilenglicol. Los disolventes calentados presentan: (1) una viscosidad reducida (y, por tanto, una mayor difusión de las especies químicas) y (2) propiedades de solubilización muy diferentes (por ejemplo, la constante dieléctrica del agua disminuye rápidamente al aumentar la temperatura) en comparación con las condiciones ambientales. No obstante, en algunas síntesis es necesario el uso de un estabilizador, y cuando se trata de síntesis de materiales para aplicaciones biomédicas, también debe ser biocompatible (por ejemplo, citrato

trisódico). La síntesis solvotérmica se utiliza desde hace varias décadas en la química de los materiales, en el campo de la biotecnología para la preparación de zeolitas, polímeros de coordinación, óxidos metálicos, y materiales magnéticos [46].

A continuación, se describe un método solvotérmico reportado para llevar a cabo la síntesis de óxido de cobre: Se añadieron 2 mmol de  $\text{Cu}(\text{OAc})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  en 20 ml de  $\text{EtOH}/\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . La mezcla se agitó enérgicamente durante 30 min y se alcanzó el pH deseado bajo agitación enérgica; a continuación, la mezcla se selló en un autoclave de acero inoxidable revestido de teflón. El tanque se calentó y se mantuvo a 120-190 °C durante 12, 24, 36 y 48 horas, y luego se dejó enfriar hasta 10 °C de temperatura rápidamente. El producto se recogió por centrifugación y se lavó con acetona y etanol varias veces para eliminar el exceso de reactivos y subproductos. Después se sometió a 400 °C durante 2 horas. El polvo resultante se recogió para su posterior caracterización [47].

### **II.3.5. Sol-gel de PbO**

Fue en el siglo XIX cuando se descubrió la técnica sol-gel, actualmente es un método convencional e industrial ampliamente utilizado para la síntesis de diversos materiales incluyendo óxidos de metales debido al buen control sobre el tamaño de partícula, alta pureza, homogeneidad y bajas temperaturas. Sin embargo, presenta algunas desventajas como: el uso de disolventes orgánicos, la disponibilidad de los precursores necesarios y los largos tiempos de reacción. Este método se basa en la producción de un sol homogéneo a partir de los precursores y su conversión en gel, seguida la eliminación del disolvente del gel y finalmente el secado. El precursor suele ser el alcóxido correspondiente, que se disuelve en agua o alcohol y se convierte en gel al someterse a calentamiento y agitación por

hidrólisis/alcoholisis. El proceso de sol-gel destaca por su amplia distribución en el tamaño de partículas [48].

A continuación, se describe un método sol-gel reportado para llevar a cabo la síntesis de óxido de plomo: Se disolvieron 7.0 g de nitrato de plomo  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  en un volumen mínimo de agua destilada. El volumen de agua destilada, y la solución se agitó durante 30 minutos. Se disolvieron 10.0 g de gelatina en 75 ml de agua destilada y se agitó durante 30 min a 60 °C para conseguir una solución de gelatina transparente. Se añadió la solución de nitrato de plomo a la solución de gelatina, y el recipiente se trasladó a un baño de agua a una temperatura fija de 90 °C. Se continuó agitando hasta obtener una resina de color lechoso. La resina se endureció después de que la temperatura del recipiente a temperatura ambiente. El producto final se calcinó a diferentes temperaturas (500, 550 y 600 °C) en aire durante 2 horas para obtener  $\text{PbO}$ -NPs de color amarillo [49].

### **II.3.6. Métodos pirolíticos en estado sólido de ZnO**

Los métodos pirolíticos en estado sólido, se basan en la pirólisis del precursor utilizado para la síntesis del material deseado, mientras que la temperatura de pirólisis controla el tamaño de las partículas, los productos químicos adicionales y subproductos resultantes, así como su disolución pueden controlar la aglomeración de las nanopartículas del material [50].

A continuación, se describe un método pirolítico reportado para llevar a cabo la síntesis de óxido de zinc: Se mezclan 2.2 g (10 mmol) de  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  y 2 g (23.8 mmol) de  $\text{NaHCO}_3$  a temperatura ambiente. La mezcla se piroliza a las siguientes temperaturas de reacción: la muestra (a) se calentó a 160 °C durante 2 horas, luego envejecidas a 180 °C durante 16 horas. y las muestras (b, c y d) se sometieron a temperaturas de 200, 250 y 300

°C, respectivamente, durante 3 horas. El de  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  se transforma en nanopartículas de ZnO, mientras que el  $\text{NaHCO}_3$  se transforma en  $\text{CH}_3\text{COONa}$  y finalmente se lava con agua desionizada. En consecuencia, se obtienen nanopartículas blancas de ZnO, mediante el proceso de descomposición térmica. El tamaño de las partículas puede controlarse ajustando la temperatura pirolítica [51].

### II.3.7. Descomposición térmica de NiO

La descomposición térmica se basa en el calentamiento del precursor por encima de su temperatura de descomposición, con ayuda de un disolvente con punto de ebullición elevado. Este método tiene distintas ventajas porque un proceso sencillo, de bajo costo, facilidad para obtener productos de alta pureza, es una técnica muy prometedora y fácil de llevar a cabo industrialmente. Las nanopartículas que se obtienen a partir de la descomposición térmica son altamente monocristalinas (no es necesario un recocido posterior a la síntesis). La síntesis ocurre en altas temperaturas con atmósfera inerte. Generalmente, un precursor óptimo tiene que tener una temperatura de descomposición baja para dar lugar a una superficie alta y un tamaño de cristalito bajo. Además, se evitan las altas temperaturas, ya que podrían provocar la sintetización de las partículas, impidiendo la formación de nanopartículas. El tamaño de las nanopartículas puede ajustarse mediante los parámetros de reacción, como el precursor y temperatura. Este método se utiliza ampliamente en la síntesis de materiales óxidos como: ZnO,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ , MgO, NiO, CdO, CuO, etc [52].

A continuación, se describe un método reportado para llevar a cabo la síntesis de óxido de níquel: Los nanotubos de NiO se sintetizaron a partir de: 8.0 g de  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y 2.0 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  se molieron durante 5 min cada uno antes de mezclarlos. Tras 15 minutos de

molienda, el producto se lavó varias veces con agua destilada para eliminar los reactivos que no habían reaccionado y los subproductos, y a continuación se secó en un horno a 59.85 °C durante 5 horas. El precursor de NiCO<sub>3</sub> preparado anteriormente (0.2 g) se mezcló con 1.0 g de NaCl y 3 ml de nonilfenol (NP-9) con un mortero de ágata, y a continuación la mezcla se molió durante 5 min. La muestra mezclada se calentó en un crisol de porcelana que se colocó en el centro de un tubo de alúmina con un horno eléctrico de tubo horizontal a 899.85 °C durante 2 horas, la muestra tratada térmicamente se enfrió gradualmente a temperatura ambiente en aire, se lavó varias veces con agua destilada para eliminar el flujo de NaCl, se filtró y se secó en un horno a 59.85 °C durante 3 h [53].

### **II.3.8. Síntesis asistida por microondas de PbO**

La síntesis de nanomateriales asistida por microondas se basa en el calentamiento rápido del sistema de reacción, esto puede lograrse mediante radiación de microondas, lo que da lugar a una mejora de la velocidad de reacción y, por tanto, a una reducción del tiempo de reacción. Aunque este método de síntesis no hay control sobre la temperatura y la presión del proceso, las condiciones de reacción controlan el tamaño y la morfología de las partículas de materiales óxidos. La técnica asistida por microondas presenta ciertas ventajas en comparación con los métodos hidrotermales, como: reacción rápida, medio simple, corto tiempo para alcanzar la temperatura adecuada para la reacción, y la morfología de las partículas es controlable, lo cual resulta ventajoso para futuras investigaciones [54].

A continuación, se describe un método reportado para llevar a cabo la síntesis asistida por microondas para óxido de plomo: Se mezclaron 0.1 mol L<sup>-1</sup> de solución de Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> y 0.1 mol L<sup>-1</sup> de solución de urea y se hicieron reaccionar en un horno microondas durante 2

min con una potencia de 750 W. El volumen de la solución de mezcla fue de 100 mL con trescientos mililitros de agua para evitar daños en el horno. Se comprobó que la solución alcanzaba su temperatura de ebullición en 2 minutos. Después de mantener la mezcla en ebullición con una potencia reducida de 300 W durante 15 minutos, se produjo una gran cantidad de precipitado blanco. La mezcla de reacción solo tenía la mitad del volumen inicial debido a la evaporación. Tras enfriar a temperatura ambiente, se filtró el precipitado y se lavó con agua desionizada y etanol, se secó al vacío a 90 °C durante 2 horas. Finalmente el producto seco se calcinó a 400, 500 y 600 °C durante 2 horas en mufla, respectivamente [55].

### **II.3.9. Mecanoquímica de ZnO**

La síntesis de materiales a partir de la técnica mecanoquímica, se basa en la molienda mecánica de los reactivos, este método ha ganado interés en las industrias por su química verde, su versatilidad y viabilidad para producir materiales estables, aleaciones amorfas, compuestos intermetálicos y termoeléctricos. Durante la molienda mecánica se disminuye el tamaño de partícula y, en consecuencia, se incrementa su área superficial. Sin embargo, la clave del éxito de la mecanoquímica son las nuevas técnicas que utilizan aditivos catalíticos para controlar la reactividad [56, 57].

A continuación, se describe un método de mecanoquímica reportado para llevar a cabo la síntesis de óxido zinc: Los materiales de partida utilizados en este experimento fueron  $ZnCl_2$ ,  $Na_2CO_3$  y  $NaCl$ . El  $NaCl$  se utilizó como diluyente y se añadió al polvo de partida. Los materiales de partida se secaron a fondo en vacío a 180 °C durante 14 h para eliminar el agua residual o absorbida. Los polvos se sellaron en un tarro de acero inoxidable de 300 ml con 8 bolas de acero inoxidable de 20 mm de diámetro y 40 bolas de 10 mm utilizando una

relación de peso bola-polvo de 15:1. La relación molar de NaCl a ZnCl<sub>2</sub> fue de 8:1. La molienda se realizó en un molino planetario tipo KM-10 durante 6 h a 600 rpm. A continuación, el polvo molido tratado térmicamente entre 400 y 800 °C en atmósfera de aire durante 2 horas para producir ZnO nanocristalino [58].

### **II.3.10. Microemulsión de NiO**

La técnica de microemulsión consiste en una mezcla ternaria o cuaternaria entre agua, tensioactivo, y aceite o agua, tensoactivo surfactante y aceite. El método de microemulsión es una de las diversas vías a baja temperatura para fabricar nanopartículas a medida. La estructura interna de una microemulsión a una temperatura dada, está determinada por la proporción de sus constituyentes, la estructura consiste de gotas esféricas o una fase bicontinua, con un incremento en la concentración de la fracción orgánica, se obtiene una fase bicontinua sin una forma definida; en cambio si se tiene una alta concentración de la fase orgánica, se forma una estructura con pequeñas gotas de agua (micelas inversas), dando lugar a microemulsión inversa [59, 60].

A continuación, se describe un método reportado para llevar a cabo la síntesis de óxido de níquel: Es un proceso típico, se disolvieron 0.666 g de cloruro de níquel hexahidratado en 13.3 mL de agua desionizada (solución I); se disolvieron 2.2 mL de amoníaco acuoso en 12.1 mL de agua desionizada (solución II); se mezclaron 40.4 mL de n-hexanol, 67.0 mL de Triton X-100 y 112,5 mL de ciclohexano (solución III). La fase móvil fue 44% aceite (ciclohexano)/33% surfactante (Triton X-100)/16% cosurfactante (ciclohexano)/7% agua (precursor inorgánico) (p/p). La solución I y la solución II se añadieron respectivamente en dos soluciones III para formar la microemulsión. Secuencialmente, estas dos microemulsiones inversas se mezclaron bajo agitación vigorosa. Los precipitados verdes se filtraron, lavaron y calcinaron a 500 °C [61].

**Tabla 6. Condiciones experimentales de los métodos de síntesis reportados para la obtención de óxidos de Ni, Cu, Zn, y Pb.**

Método	Precursores	T (°C)	t (h)	Producto	Ref.
Precipitación química	Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	200	2	ZnO	[41]
Química húmeda	Zn(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	500	2	ZnO	[43]
Hidrotérmica	CuCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	105, 120, 150	12	CuO	[45]
Solvotérmica	Cu(Oak) <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	400	2	CuO	[47]
Sol-gel	Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	500, 550, 600	2	PbO	[49]
Pirólisis en estado sólido	Zn(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	200, 250, 300	3	ZnO	[51]
Descomposición térmica	NiCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	899.85	2	NiO	[53]
Microondas	Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	400, 500, 600	2	PbO	[55]
Mecanoquímica	ZnCl <sub>2</sub> , Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> y NaCl	400, 500, 600, 700, 800	2	ZnO	[58]
Microemulsión	Cl <sub>2</sub> Ni·6H <sub>2</sub> O	500	2	NiO	[61]

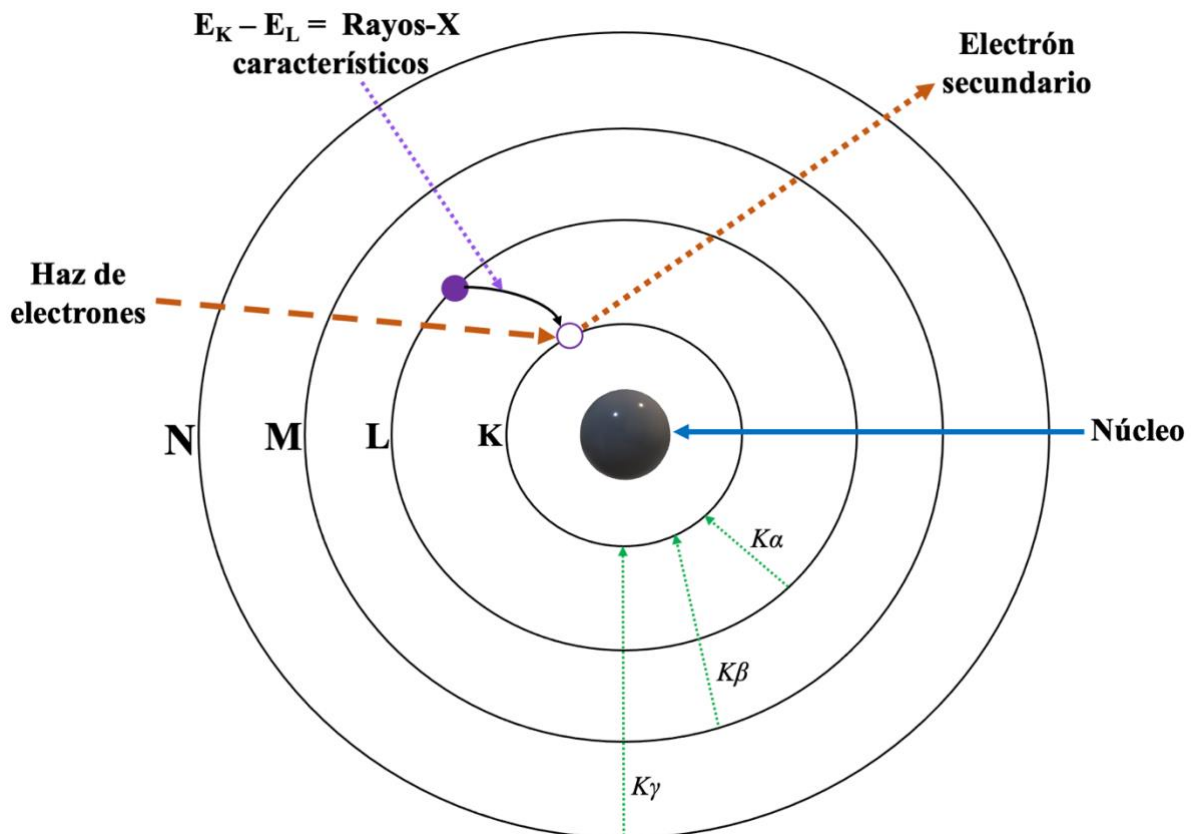
**Temperatura (T), tiempo (t), Referencia (Ref)**

## II.4. Técnicas de identificación

### II.4.1. Difracción de rayos-X

El inicio de los rayos-X comenzó en 1895 cuando el científico Wilhelm Conrad Röntgen descubrió los rayos-X, adjuntándole ese nombre debido a que su naturaleza era desconocida [62]. Actualmente son definidos como una radiación electromagnética producida por el frenado de electrones de elevada energía o por transiciones electrónicas de electrones que se encuentran en los orbitales internos de los átomos. Cuya longitud de onda va desde 10 nm hasta 0.001 nm. Los rayos-X de mayor longitud de onda se conocen como rayos-X suaves mientras que los de menor se denominan rayos-X duros. Así mismo cuanto menor es la longitud de onda de los rayos-X, mayor es su energía y poder de penetración [63]. La generación de los rayos-X da inicio cuando un haz de electrones incide cerca del núcleo e interacciona electrostáticamente, como efecto es desviado de su trayectoria ocasionándole una desaceleración o bien conocida como Bremsstrahlung (radiación de frenado). Este incide sobre el átomo y uno de esos electrones expulsa a otro del nivel K, dejando un espacio libre en la órbita interna, y por consecuente una vacante en la misma capa, el cual será ocupado por un electrón de una capa superior, causando un reordenamiento electrónico en los niveles externos; si el electrón baja del nivel L al K, se emite una radiación llamada  $K_{\alpha}$  (alfa), si el electrón viene desde la capa M, la radiación es  $K_{\beta}$  (beta) y cuando el electrón proviene desde la capa N, la radiación es  $K_{\gamma}$  (gamma). En la figura 1, se muestra una representación esquemática del proceso mencionado para la producción de los rayos-X en un átomo señalando sus series de transición K, L, M y N (La distancia entre cada transición es de:  $K=0.53 \text{ \AA}$ ,  $L=2.12 \text{ \AA}$ ,  $M=4.76 \text{ \AA}$ , y  $N=8.46 \text{ \AA}$ ). En 1912, Von Laue, Walter Friedrich y Paul Knipping descubrieron la difracción de rayos-X irradiaron un cristal con rayos-X,

confirmando que dichos rayos son una forma de luz que posee una longitud de onda muy pequeña. Además el experimento estableció la regularidad y simetría del orden en los cristales [64] El descubrimiento de la difracción de los rayos-X permitió viajar dentro del cristal, desarrollando una multitud de estudios, técnicas de caracterización de materiales y aplicaciones. Por ejemplo, para el análisis de elementos tóxicos en aire, suelo y agua, análisis estructural de aleaciones, catalizadores, inspección aduanal (monedas, veneno, proyectiles), para detectar enfermedades de tejidos blandos y sangre (neumonía, cáncer de pulmón, abscesos, edema pulmonar) [65,66].



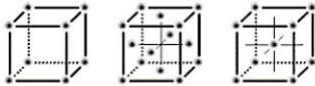
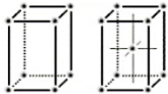
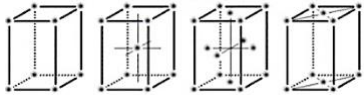


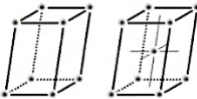
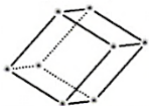
**Figura 1.** Esquematación para la producción de rayos-X en un átomo con series de transición K, L, M y N correspondientes a los niveles de energía  $n=1, 2, 3, 4$ .

#### II.4.1.1. Cristalografía

Fue en el siglo XIX cuando la cristalografía se define como la ciencia que estudia el estado cristalino de los materiales sólidos, la disposición de los átomos en los cristales, sus propiedades físicas, químicas, su síntesis y crecimiento. Un sólido cristalino se encuentra constituido por átomos, iones y moléculas, en un ordenamiento periódico tridimensional. El orden contiene una porción del espacio llamado celda unidad o celda unitaria y es definida como la unidad fundamental de una estructura cristalina por repetida traslación, representada por un paralelepípedo [67, 68, 69]. La cristalografía se rige por tres leyes fundamentales: la primera ley llamada “ley de la constancia de los ángulos diedros” postulada en el año 1669 por el científico Niels Stensen, establece que cada cristal de una misma sustancia, sus ángulos diedros formados entre las caras siempre serán iguales, pero dichas caras pueden variar en cuanto a su tamaño y forma. La segunda ley llamada “ley de racionalidad de los índices” fue publicada en 1784 por el científico René Just Haüy y establece que la relación entre los parámetros de todas las caras posibles en un cristal, sobre un mismo eje, da siempre números racionales. Finalmente la tercera ley fue también postulada por el científico René Just Haüy en 1801, está ley llamada “Ley de simetría” establece que todos los cristales de una misma sustancia, poseen el mismo grado de simetría [70]. R. Haüy en 1830 dedujo las 32 clases de simetría cristalina o grupos puntuales, mismas que se agrupan en 7 sistemas cristalinos en función de los parámetros de la celda unitaria, longitudes de sus lados y ángulos. A partir de la combinación de los 7 sistemas cristalinos se pueden demostrar 14 configuraciones llamadas redes de Bravais. La Unión Internacional de Cristalografía IUC (International Union of Crystallography, por sus siglas en inglés) designa la siguiente nomenclatura para la descripción de las 14 redes de Bravais: letra “**P**”, para celdas primitivas o simples, las cuales solo tienen puntos de red en los vértices de la celda. “**F**”, para las celdas centrada en las caras,

poseen puntos de red en el centro de todas las caras, así como en los vértices. “I”, para celdas centradas en el cuerpo, estas celdas poseen puntos de red en los vértices y en el centro de la celda. Y letra “C” para red centrada en la base. Las direcciones específicas de los vectores **a**, **b** y **c** son los ejes de cristalografía, mientras que los ángulos entre ellos son indicados por  $\alpha$ ,  $\beta$  y  $\gamma$ , ver tabla 7 [71].

**Tabla 7. Siete sistemas cristalinos y catorce redes de Bravais [67].**

Sistema cristalino	Parámetros de red	Ángulos	Redes de Bravais
Cúbico	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Tetragonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Ortorrómbico	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Romboédrico	$a = b = c$	$\alpha = \beta = 90^\circ ; \gamma \neq 90^\circ$	
Hexagonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ ; \gamma = 120^\circ$	
Monoclínico	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ ; \beta \neq 90^\circ$	
Triclínico	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	

#### II.4.1.2. Difracción de rayos-X de muestras sólidas

La difracción de rayos-X sobre muestras en polvo, es una técnica de caracterización de materiales que se transformó en la primera prueba experimental para la determinación de la estructura periódica de los cristales, este método posee ventajas por ser no destructivo, (para garantizar una muestra orientada aleatoriamente, la preparación de la muestra se limita habitualmente a una molienda). También se pueden realizar análisis bajo condiciones *in situ* en muestras expuestas a condiciones no ambientales, tales como temperatura y humedad bajas o altas [72]. El fenómeno de difracción de rayos-X resulta de la interacción entre los rayos-X y las nubes de electrones de los átomos, en la técnica de XRD los rayos-X son generados dentro de un tubo de rayos catódicos, donde se hace incidir un haz colimado de rayos-X con longitud de onda de 0.7 a 2 Å sobre la superficie de una muestra sólida, formando un ángulo ( $\theta$ ), ver la figura 2. La intensidad de los rayos-X difractados se mide en función del ángulo de difracción ( $2\theta$ ), utilizando la ley de Bragg [73]. En un cristal perfecto la reflexión ocurre exactamente cuando el ángulo  $\theta$  que forma el haz primario y el plano de la red cristalina cumple con la ecuación de Bragg:

$$n \lambda = 2d \cdot \text{sen } \theta \quad \text{Ec. (1)}$$

donde;  $n$  es el orden de difracción,  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos-X y  $d$  es la distancia entre los planos ( $hkl$ ) del cristal. El método de Bragg es ecuación fundamental de la difracción, descubierta en 1913 por William Lawrence Bragg y su padre William Henry Bragg, está ley que nos permite calcular detalles sobre la estructura cristalina, o si se conoce la estructura cristalina, determinar la longitud de onda del rayos-X incidente sobre el cristal [74].

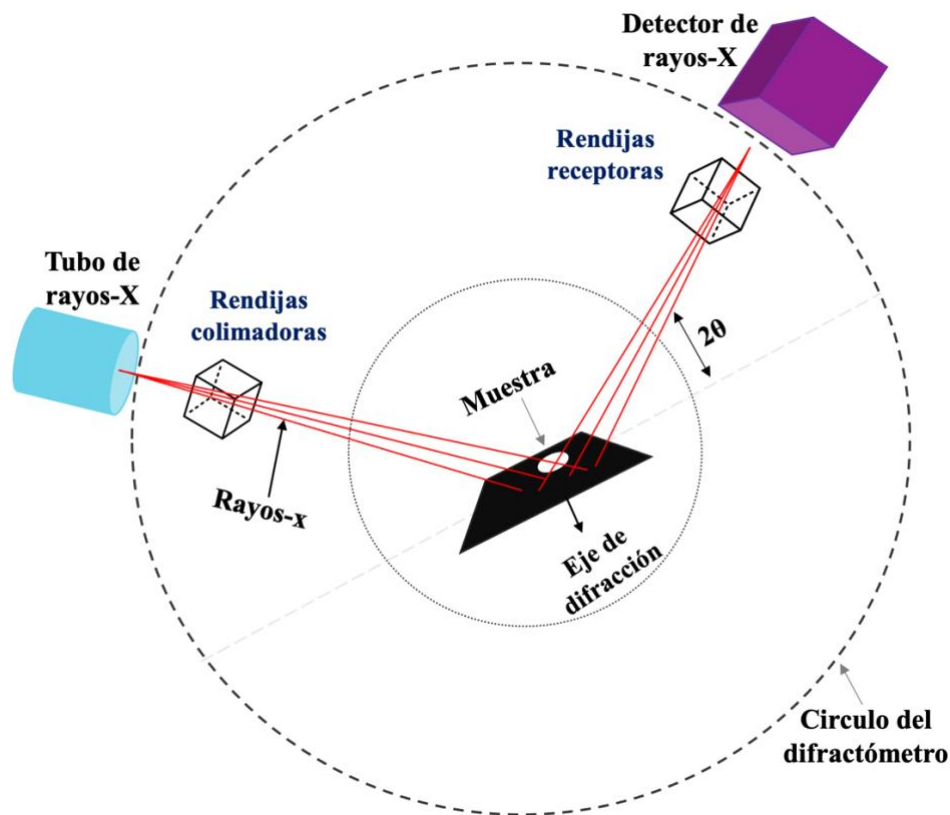


Figura 2. Esquema del funcionamiento de un difractómetro.

#### II.4.2. Microscopía electrónica de barrido

La vida microscópica fue conocida a finales del siglo XVII por Anton van Leeuwenhoek, desde entonces el avance científico y tecnológico ha sido favorecido para la fabricación de microscopios cada vez más novedosos [75]. La microscopía electrónica de barrido es utilizada en diversas disciplinas para el análisis morfológico de los materiales sólidos permitiendo observar en una “imagen” el material que se desea caracterizar. Se considera un método eficaz en el análisis de materiales orgánicos e inorgánicos a escala nanométrica (nm) o micrométrica ( $\mu\text{m}$ ) debido a su alta resolución para obtener una

micrografía. El microscopio electrónico de barrido pueden tener una resolución puntual del orden de 1 nm y puede amplificar  $2 \times 10^5$  veces. El funcionamiento de un equipo de SEM radica en incidir un haz de electrones de alta energía en condiciones de vacío (menor de  $10^{-4}$  Pa, para evitar que los electrones colisionen con las moléculas de aire) sobre la muestra [76, 77]. Cuando el haz incide sobre la muestra haciendo un barrido de la superficie de la muestra se generan electrones (llamados secundarios y retrodispersados *SE* y *BSE* por sus siglas en inglés, respectivamente) como respuesta al impacto electrónico, estos salen de la muestra y son detectados mediante dispositivos llamados: *Everhart Thornley* y *Solid State Detector*, una vez detectados se dirigen hacia un tubo de rayos catódicos, donde cada punto que el haz golpea sobre la muestra se asigna a un punto sobre la pantalla produciendo una “imagen” [78]. Sin embargo, para lograr un óptimo análisis por la técnica de SEM es necesario que la muestra se encuentre en condiciones de vacío, ser anhidras y conductoras de electricidad. Así mismo si se desea observar metales aislantes o muestras biológicas es necesario cubrirlos con una capa conductora, usualmente se utiliza oro, para obtener imágenes de mejor calidad [79].

#### **II.4.3. Espectroscopía por dispersión de energía**

La técnica de espectroscopía por dispersión de energía es una herramienta de análisis químico más utilizada para determinar la composición elemental de un material. El detector de estado sólido del EDS es un semiconductor compuesto generalmente por un cristal de silicio-litio, el cual, tiene comúnmente un diámetro de 10 mm y grosor de 3 mm, este se encuentra aislado del vacío del microscopio electrónico de barrido por medio de una ventana. La ventana consiste de una capa evaporada de aluminio o de un polímero delgado (0.3 mm de grosor), ésta puede permanecer a presiones atmosféricas por lo que la ventilación de la

cámara del espécimen no causa problemas [80]. En 1960 fueron desarrollados los primeros detectores de EDS, sin embargo, la aplicación de estos detectores en el análisis por SEM comenzó alrededor de 1970, convirtiéndose en una herramienta indispensable. Actualmente los detectores poseen mejor resolución y sensibilidad a los rayos-X [81]. El principio del análisis por EDS que se lleva a cabo a partir de los siguientes procesos: (1) el detector genera un pulso de carga proporcional a la energía del rayo-X esto ocurre debido a que la muestra es estimulada con un haz de electrones dentro de un microscopio electrónico de barrido, (2) este pulso se convierte en voltaje, (3) la señal se amplifica a través de un transistor de efecto de campo (FET por sus siglas en inglés), se aísla de otros pulsos, se vuelve a amplificar y se identifica electrónicamente como proveniente de un rayo X (radiación llamada X) con una energía específica, (4) la señal digitalizada se almacena en un canal asignado a esa energía en el analizador multicanal. Finalmente, estas señales son transmitidas a una computadora para su procesamiento y llevar a cabo la identificación del pico o cuantificación a partir de un software [80, 81].

### **III. EXPERIMENTAL**

#### **III.1. Síntesis de óxido de níquel**

Se pesa 10.0 g de nitrato de níquel hexahidratado  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (CAS 13478-00-7 Sigma-Aldrich) en una balanza analítica marca A&D Weighing. Esta masa se adiciona a un matraz Erlenmeyer de 250 mL, y se agrega agua desionizada hasta su disolución, enseguida a esta disolución se adiciona gota a gota y con agitación manual continua hidróxido de amonio  $\text{NH}_4\text{OH}$  35 % (CAS 1336-21-6 Sigma-Aldrich) hasta lograr la precipitación de un sólido. El sólido se separa por filtración, se seca a 110 °C durante una hora, para ser pesado,

pulverizado y envasado. El sólido previamente envasado se deposita en una canoa de porcelana y se introduce en un tubo de cuarzo (82 cm de longitud, 2.8 cm de diámetro externo y 2.7 cm de diámetro interno) para someterse a un tratamiento térmico de 600 °C en un horno eléctrico marca Thermo Scientific modelo Lindberg Blue M Mini-Mite Tube Furnace TF55035C-1 con flujo de aire a 60 cm<sup>3</sup>/min durante una hora para obtener el producto de color grisáceo. Los gases generados durante cada reacción fueron neutralizados en una trampa de una disolución de NaOH al 10 % y finalmente ventilados (ver, fig 5).

### **III.2. Síntesis de óxido de cobre**

Se pesa 10.0 g de nitrato de cobre (hemi)pentahidratado  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$  (CAS 19004-19-4 Sigma-Aldrich) en una balanza analítica marca A&D Weighing. Esta masa se adiciona a un matraz Erlenmeyer de 250 mL, y se agrega agua desionizada hasta su disolución, enseguida a esta disolución se adiciona gota a gota y con agitación manual continua hidróxido de amonio  $\text{NH}_4\text{OH}$  35 % (CAS 1336-21-6 Sigma-Aldrich) hasta lograr la precipitación de un sólido. El sólido se separa por filtración, se seca a 110 °C durante una hora para posteriormente ser pesado, pulverizado y envasado. El sólido previamente envasado se deposita en una canoa de porcelana y se introduce en un tubo de cuarzo (82 cm de longitud, 2.8 cm de diámetro ( $\emptyset$ ) externo y 2.7 cm de  $\emptyset$  interno) para someterse a un tratamiento térmico de 600 °C en un horno eléctrico marca Thermo Scientific modelo Lindberg Blue M Mini-Mite Tube Furnace TF55035C-1 (ver, fig. 4) con flujo de aire a 60 cm<sup>3</sup>/min durante una hora para obtener un producto de color azul. Los gases generados durante cada reacción fueron neutralizados en una trampa de una disolución de NaOH al 10 % y finalmente ventilados (ver fig 5).

### III.3. Síntesis de óxido de zinc

Se pesa 10.0 g de nitrato de zinc hexahidratado  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  (CAS 10196-18-6 Sigma-Aldrich) en una balanza analítica marca A&D Weighing. Esta masa se adiciona a un matraz Erlenmeyer de 50 mL, y se agrega agua desionizada hasta su disolución, enseguida a esta disolución se adiciona gota a gota y con agitación manual continua hidróxido de amonio  $NH_4OH$  35 % (CAS 1336-21-6 Sigma-Aldrich) hasta lograr la precipitación de un sólido. El sólido se separa por filtración, se seca a 110 °C durante una hora, para posteriormente ser pesado, pulverizado y envasado. El sólido previamente envasado en una canoa de porcelana y se introduce en un tubo de cuarzo (82 cm de longitud, 2.8 cm de  $\varnothing$  externo y 2.7 cm de  $\varnothing$  interno) para someterse a un tratamiento térmico de 600 °C en un horno eléctrico marca Thermo Scientific modelo Lindberg Blue M Mini-Mite Tube Furnace TF55035C-1 (ver la fig. 4) con flujo de aire a 60  $cm^3/min$  durante una hora para obtener el producto de color blanco. Los gases generados durante cada reacción fueron neutralizados en una trampa de una disolución de NaOH al 10 % y finalmente ventilados (ver la figura 5).

### III.4. Síntesis de nitrato de plomo

La síntesis de nitrato de plomo  $Pb(NO_3)_2 \cdot xH_2O$  se lleva a cabo al reaccionar 100 g de plomo metálico que se generan como resultado de la eliminación de los materiales que se utilizan en las actividades domésticas, o los que provienen también de cualquier otra actividad que se desarrolla dentro de los establecimientos o en la vía pública (llamados residuos sólidos urbanos), específicamente se utilizaron las terminales de baterías (acumuladores) de automóviles, con 280 mL de ácido nítrico (Nº CAS 7697-37-2) en una relación molar 1:4. La reacción se lleva a cabo en un matraz Erlenmeyer de 500 mL con

agitación magnética hasta lograr la precipitación de un sólido blanco. Finalmente el producto obtenido de  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$  se separa por filtración, se seca a  $110\text{ }^\circ\text{C}$  durante una hora, y finalmente se pesa, pulveriza y envasa.



**Figura 3. Esquema de reacción para la síntesis de nitrato de plomo a partir de Pb.**

### III.5. Síntesis de óxido de plomo

La síntesis de óxido de plomo,  $\text{PbO}$ , se realiza pesando 23.0 g de  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  en una balanza analítica marca A&D Weighing, para después ser colocada en un canoa de porcelana, y ser introducida dentro de un tubo de cuarzo (82 cm de longitud, 2.8 cm de  $\varnothing$  externo y 2.7 cm de  $\varnothing$  interno) ambos se colocaron en el interior de un horno eléctrico en posición horizontal marca Thermo Scientific modelo Lindberg Blue M Mini-Mite Tube Furnace TF55035C-1 (véase la fig. 4). Por el interior del tubo de cuarzo se alimenta un flujo continuo de aire a  $60\text{ cm}^3/\text{min}$ , a temperatura constante de  $600\text{ }^\circ\text{C}$  durante una hora hasta obtener un productor color amarillento. Los gases generados durante cada reacción fueron neutralizados en una trampa de una disolución de NaOH al 10 % y finalmente ventilados (ver la figura 5).



Figura 4. Horno eléctrico marca Lindberg Blue M. con dimensiones de 28 cm de largo, 41 cm de ancho, y 38 cm de alto.

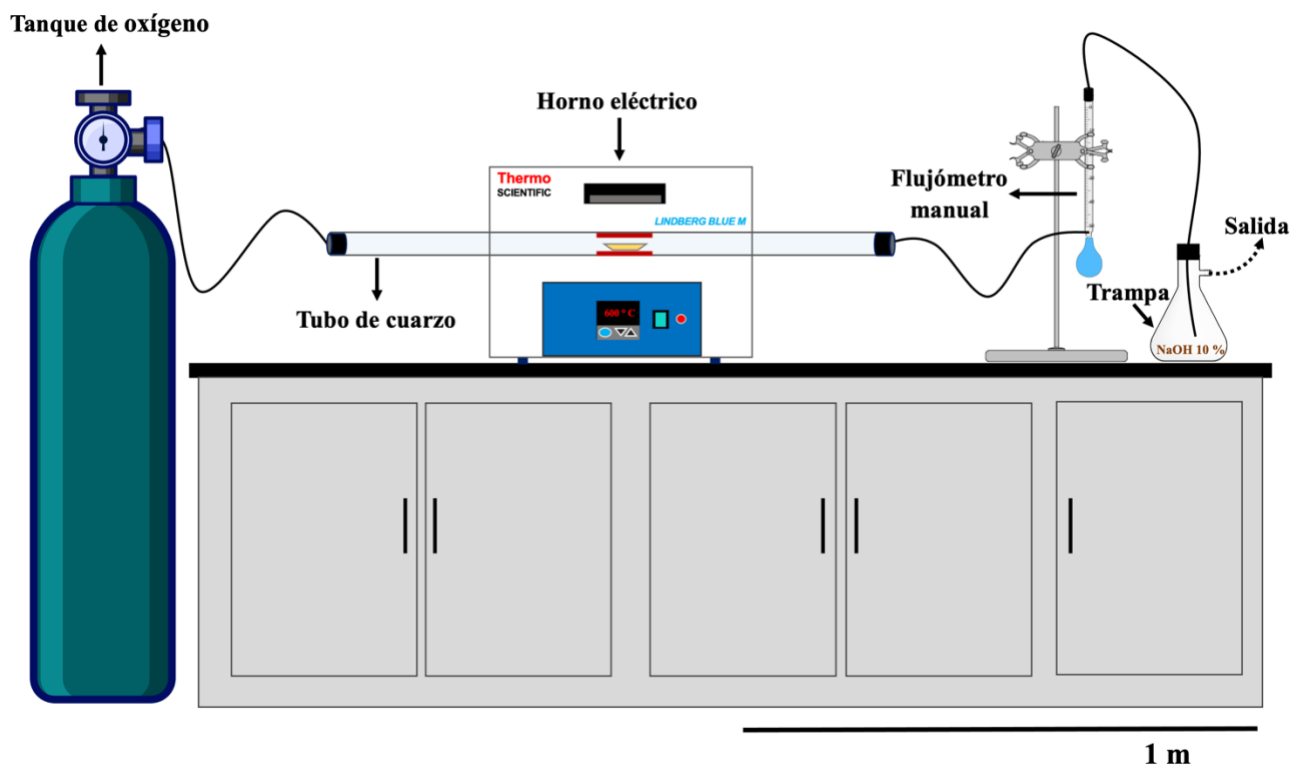


Figura 5. Sistema de reacción utilizado para la síntesis de NiO, CuO, ZnO, y PbO.

### III.6. Análisis por difracción de rayos-X

La identificación de los parámetros cristalográficos de los materiales preparados se obtuvieron mediante la técnica de difracción de rayos-X utilizando un difractómetro de rayos-X marca Philips, modelo X'pert (ver fig. 6), que posee una fuente de radiación  $\text{CuK}\alpha$  de  $\lambda = 0.15406 \text{ nm}$  ( $1.5406 \text{ \AA}$ ). El voltaje de operación y la corriente se mantiene en 40 kV y 30 mA. La muestra en polvo se dispersa sobre un portamuestra de  $\text{SiO}_2$ , se compacta con ayuda de un cubreobjetos y es insertado dentro del difractómetro. Posteriormente se fijan los intervalos de medición de  $2\theta$  ( $20$  a  $80^\circ$ ) con una velocidad de  $0.03^\circ$  por segundo, mismo tiempo que el haz monocromático de rayos-X incide sobre la muestra. La información obtenida en el difractómetro se procesa utilizando el software GATEWAY 2000 P5-60 PW1877.



**Figura 6. Difractómetro de rayos-X marca Philips, modelo X'pert.**

### III.7. Análisis por microscopía electrónica de barrido

La morfología superficial de los materiales se observa utilizando un microscopio electrónico de barrido marca JEM Jeol 5300 JSM, con un voltaje de 15.0 kV (fig. 7). Para realizar el análisis, cada material se monta en un portamuestra cilíndrico de 10 mm de diámetro y 10 mm de alto sobre una cinta adhesiva de carbón de doble cara. Con la finalidad de evitar el efecto de carga sobre la superficie, las muestras se introducen a la cámara de vacío ( $1 \times 10^{-3}$  Torr) y se colocan en un pedestal de geometría conocida donde se realiza el análisis. El análisis de la composición elemental de las muestras se realizó por EDS utilizándose un detector SUTW Sapphire a 10 kV y con una resolución que oscila entre 4 y 20 nm. El tamaño promedio de partícula (TPP) se determinó midiendo el largo y ancho de 50 partículas de las micrografías obtenidas por SEM, utilizando un vernier marca truper.



**Figura 7. Microscopio electrónico de barrido marca JEM Jeol 5300 JSM.**

## IV. RESULTADOS

### IV.1. Difracción de rayos-X

En la Figura 8 se presentan dos patrones obtenidos por XRD, el difractograma NiO 600 corresponde al material obtenido experimentalmente en este trabajo de acuerdo con la sección III.1 y el segundo difractograma corresponde al patrón de referencia reportado en la base de datos cristalográficos JCPDS–ICCD con número de tarjeta cristalográfica 044-1159 para la fase NiO (Apéndice 8).

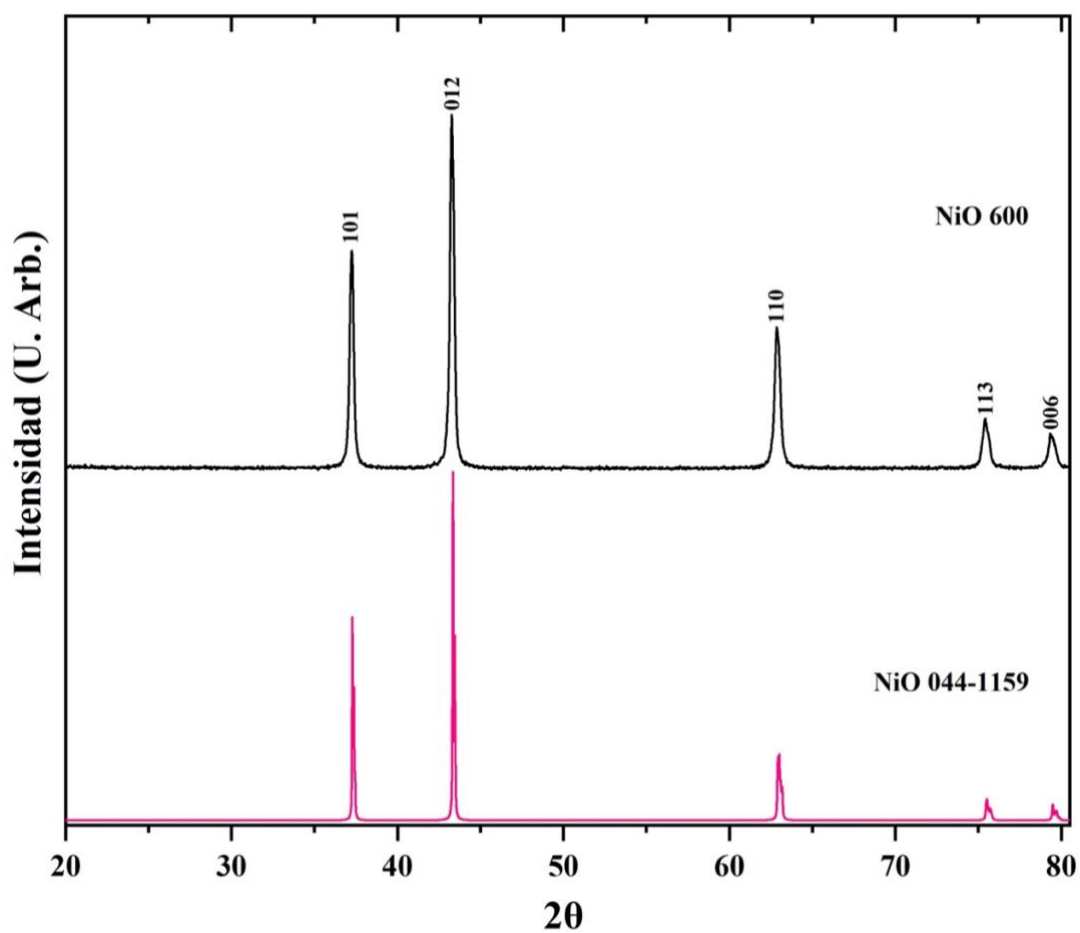


Figura 8. Patrón de difracción del material sintetizados de óxido de níquel (NiO) a 600 °C y patrón de referencia con número de tarjeta JCPDS–ICCD 044-1159.

En la Figura 9 se presentan dos patrones obtenidos por XRD, el difractograma CuO 600 corresponde al material obtenido experimentalmente en este trabajo de acuerdo con la sección III.2 y el segundo difractograma corresponde al patrón de referencia reportado en la base de datos cristalográficos JCPDS–ICCD con número de tarjeta cristalográfica 044-0937 para la fase CuO (Apéndice 9).

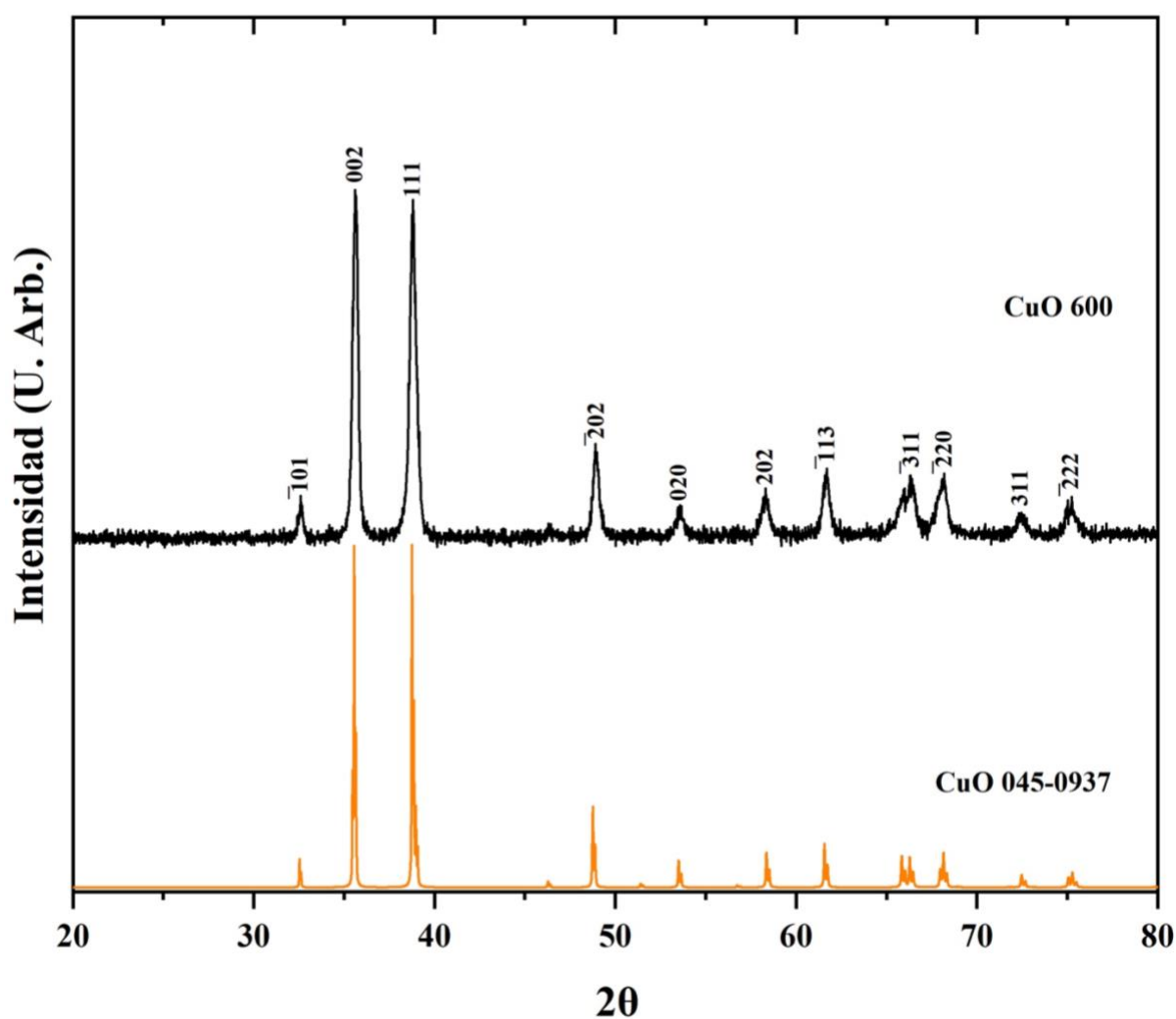
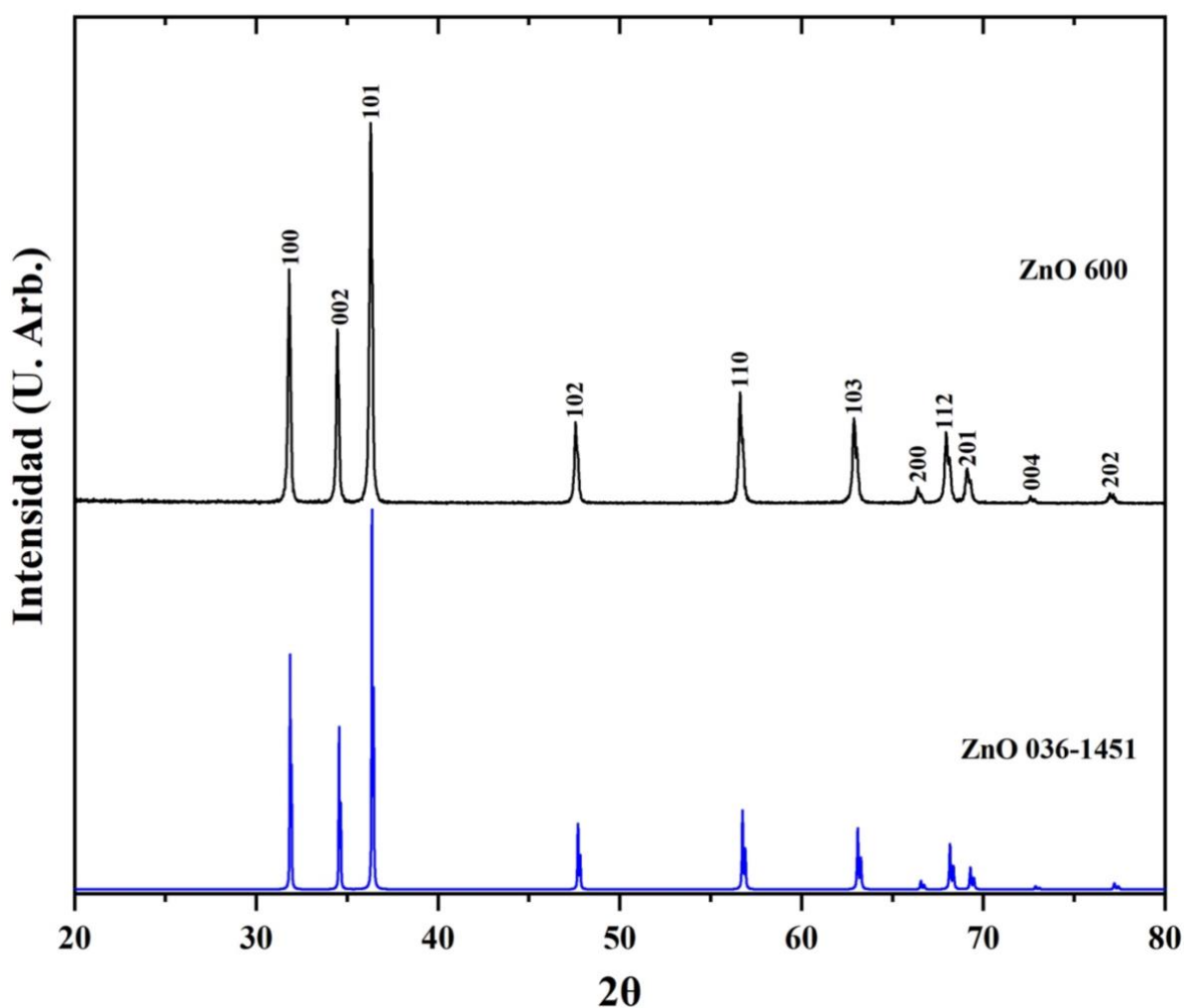


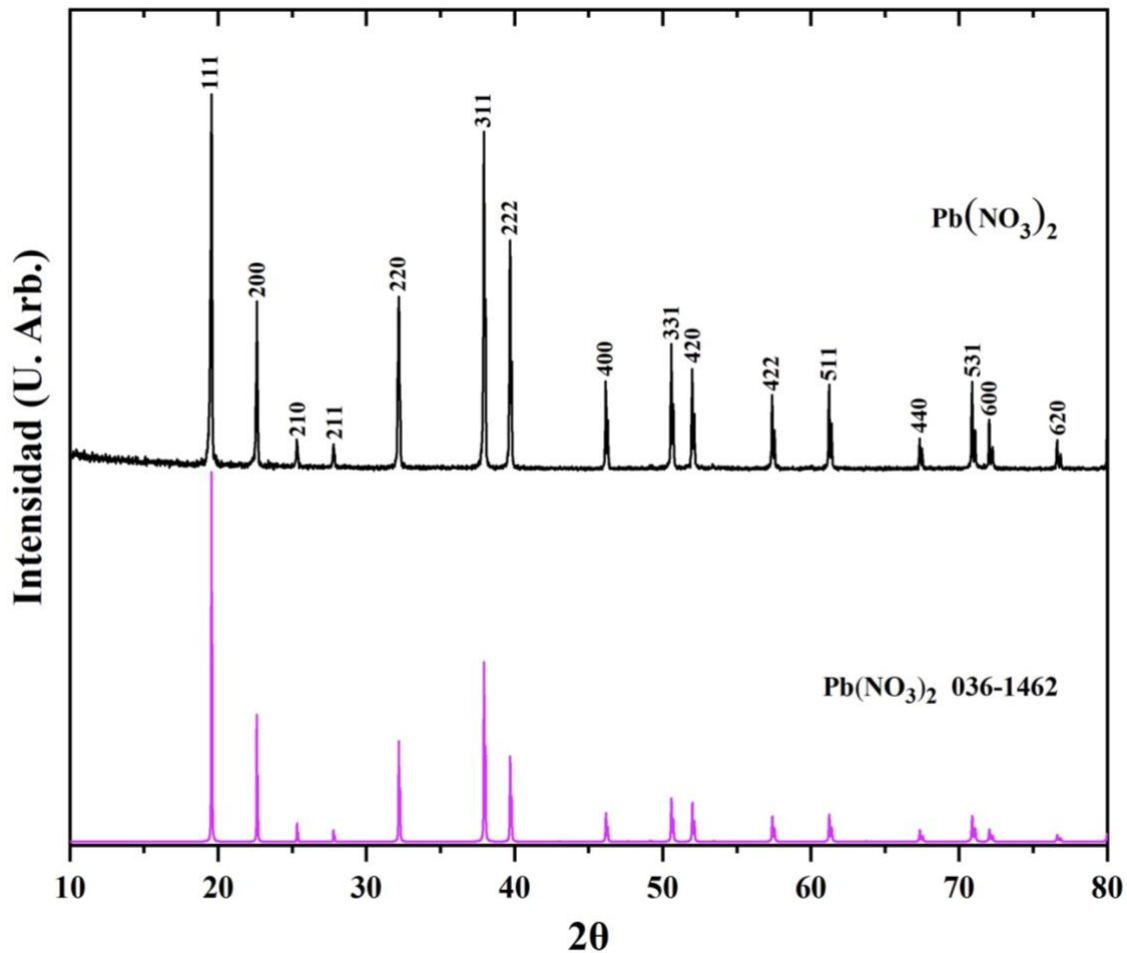
Figura 9. Patrón de difracción del material sintetizados de óxido de cobre (CuO) a 600 °C y patrón de referencia con número de tarjeta JCPDS–ICCD 044-0937.

En la Figura 10 se presentan dos patrones obtenidos por XRD, el difractograma ZnO 600 corresponde al material obtenido experimentalmente en este trabajo de acuerdo con la sección III.3 y el segundo difractograma corresponde al patrón de referencia reportado en la base de datos cristalográficos JCPDS–ICCD con número de tarjeta cristalográfica 036-1451 para la fase ZnO (Apéndice 10).



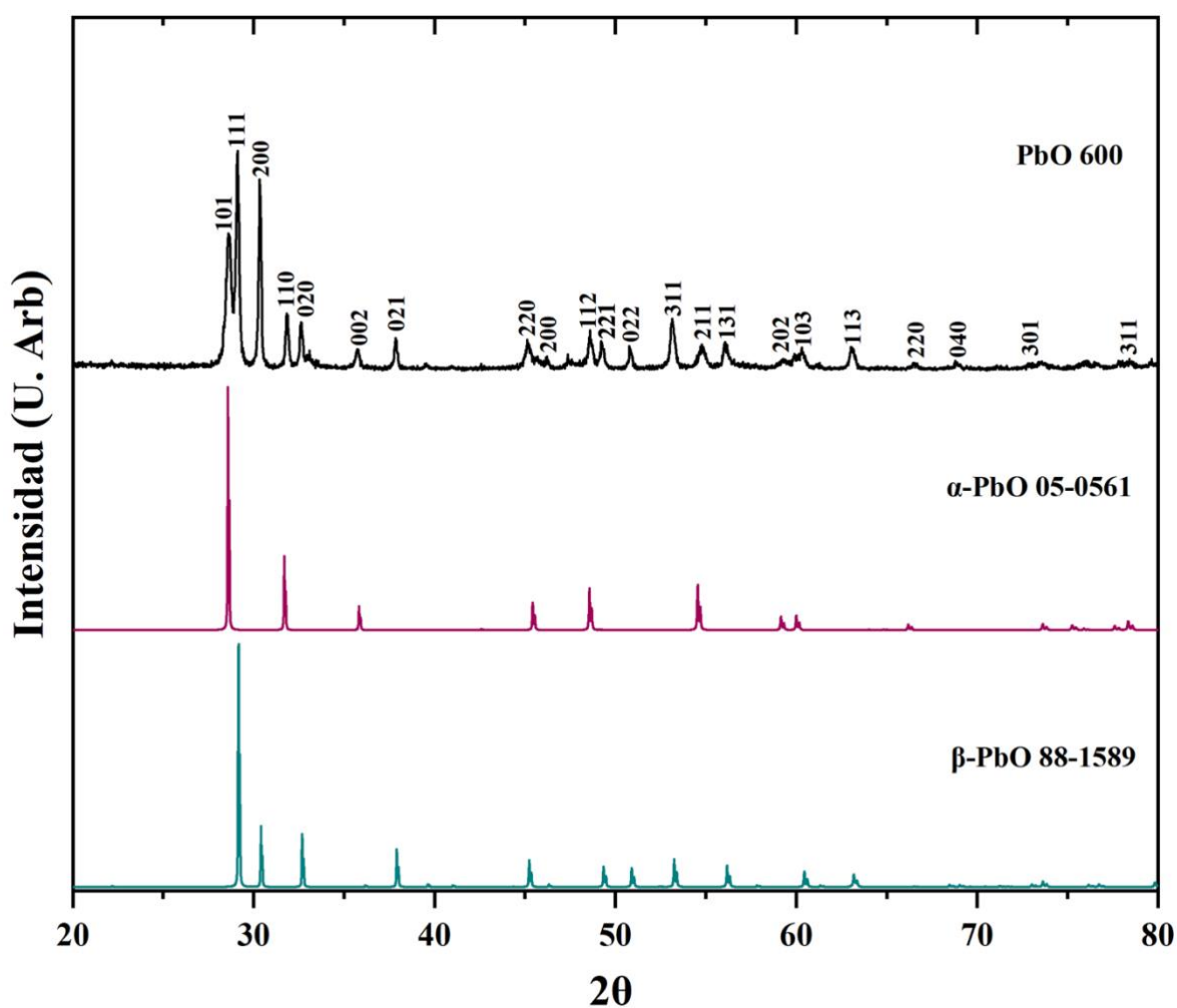
**Figura 10.** Patrón de difracción del material sintetizados de óxido de zinc (ZnO) a 600 °C y patrón de referencia con número de tarjeta JCPDS–ICCD 036-1451.

En la Figura 11 se presentan dos patrones obtenidos por XRD, el difractograma  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  corresponde al material sintetizado de nitrato de plomo a partir de plomo metálico residual (terminales de baterías), en este trabajo de acuerdo con la sección III.4 y el segundo difractograma corresponde al patrón de referencia reportado en la base de datos cristalográficos JCPDS–ICCD con número de tarjeta cristalográfica 036-1462 para la fase  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  (Apéndice 11).



**Figura 11. Patrón de difracción del material sintetizados de nitrato de plomo  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  y patrón de referencia con número de tarjeta JCPDS–ICCD 036-1462**

En la Figura 12 se presentan tres patrones obtenidos por XRD, el difractograma PbO 600 corresponde al material sintetizado de óxido de plomo en este trabajo de acuerdo con la sección III.5, el segundo y tercer difractograma corresponden al patrón de referencia reportado en la base de datos cristalográficos JCPDS–ICCD con números de tarjetas cristalográfica para  $\alpha$ -PbO 05-0561 y  $\beta$ -PbO 88-1589 (Apéndice 12 y 13).



**Figura 12. Patrón de difracción del material de PbO a 600 °C y patrones de referencia reportados con números de tarjetas JCPDS–ICCD 05-0561 y 88-1589.**

**Tabla 8. Valores obtenidos en 2 $\theta$  a partir de los análisis por XRD, experimentales y reportadas asi como el porciento (%) de intensidad reportados.**

<b>Material</b>	<b>Señales 2<math>\theta</math> experimentales</b>	<b>Señales 2<math>\theta</math> reportadas</b>	
<b>NiO 600</b>	37.249, 43.287, 62.854, 75.406 79.374	37.249 (60%), 43.287 (100%), 62.854 (30%), 75.406 (14%), 79.374 (9%)	
<b>CuO 600</b>	32.497, 35.496, 38.731, 48.727, 53.453, 58.337, 61.535, 66.250, 68.091, 72.429, 75.227	32.497 (8%), 35.496 (100%), 38.731 (91%), 48.727 (20%), 53.453 (6%), 58.337 (9%), 61.535 (15%), 66.250 (11%), 68.091 (11%), 72.429 (5%), 75.227 (5%)	
<b>ZnO 600</b>	31.770, 34.422, 36.253, 47.539, 56.603, 62.864, 66.380, 67.963, 69.100, 72.562, 76.955	31.770 (57%), 34.422 (44%), 36.253 (100%), 47.539 (23%), 56.603 (32%), 62.864 (29%), 66.380 (4%), 67.963 (23%), 69.100 (11%), 72.562 (2%), 76.955 (4%)	
<b>Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub></b>	19.564, 22.618, 25.331, 27.786, 32.207, 37.943, 39.698, 46.159, 50.584, 51.998, 57.396, 61.241, 67.341, 70.888, 72.048 y 76.610	19.564 (100%), 22.618 (39%), 25.331 (8%), 27.786 (5%), 32.207 (38%), 37.943 (77%), 39.698 (51%), 46.159 (17%), 50.584 (27%), 51.998 (23%), 57.396 (18%), 61.241 (18%), 67.341 (8%), 70.888 (17%), 72.048 (10%)y 76.610 (5%)	
<b>PbO</b>	28.634, 29.071, 30.298, 31.832, 32.576, 35.744, 37.814, 45.082, 45.595, 48.596, 49.201, 50.752, 53.069, 54.759, 55.987, 59.262, 59.940, 62.998, 66.495, 68.241, 73.863, 78.41	<b><math>\alpha</math>-PbO</b> 28.634 (100%), 31.832 (62%), 35.744, (18%) 45.595 (8%), 48.596 (37%), 54.759 (24%), 59.262(6%), 59.940(11%), 66.495 (5%), 73.863 (2%), 78.41(5%)	<b><math>\beta</math>-PbO</b> 29.071 (100%), 30.298 (24.5%), 32.576 (21.6%), 37.814 (15.4%), 45.082 (13.5%), 50.752 (10.1%), 53.069 (15.2%), 55.987 (13.1%), 62.998 (9.3%), 68.241 (1.4%)

## IV.2. Espectroscopía por dispersión de energía

En la Figura 13 se muestra el espectro del análisis por espectroscopía por dispersión de energía de la composición química de NiO a 600 °C. Se observan señales para los elementos: Ni, O y C: las señales que son asignadas a níquel (Ni) en 0.85, 7.47, 8.26 keV, de oxígeno (O) en 0.523 keV y la señal a 0.277 keV correspondiente a carbono (C) pertenece a la cinta adhesiva utilizada para montar la muestra y realizar el análisis [82]. En la Figura 14 se muestra el espectro de la composición química de CuO a 600 °C, se observan señales para los elementos Cu, O y C: las señales que son asignadas a cobre (Cu) en 0.93, 8.04, 8.90 keV, oxígeno (O) en 0.523 keV y la señal a 0.27 keV correspondiente a carbono (C). En la Figura 15 se muestra el espectro del análisis por EDS de la composición química de ZnO a 600 °C. Se observan señales para los elementos: Zn, O y C: las señales que son asignadas a zinc (Zn) en 1.012, 8.63, 9.65 keV, de oxígeno (O) en 0.523 keV y la señal a 0.27 keV de carbono (C).

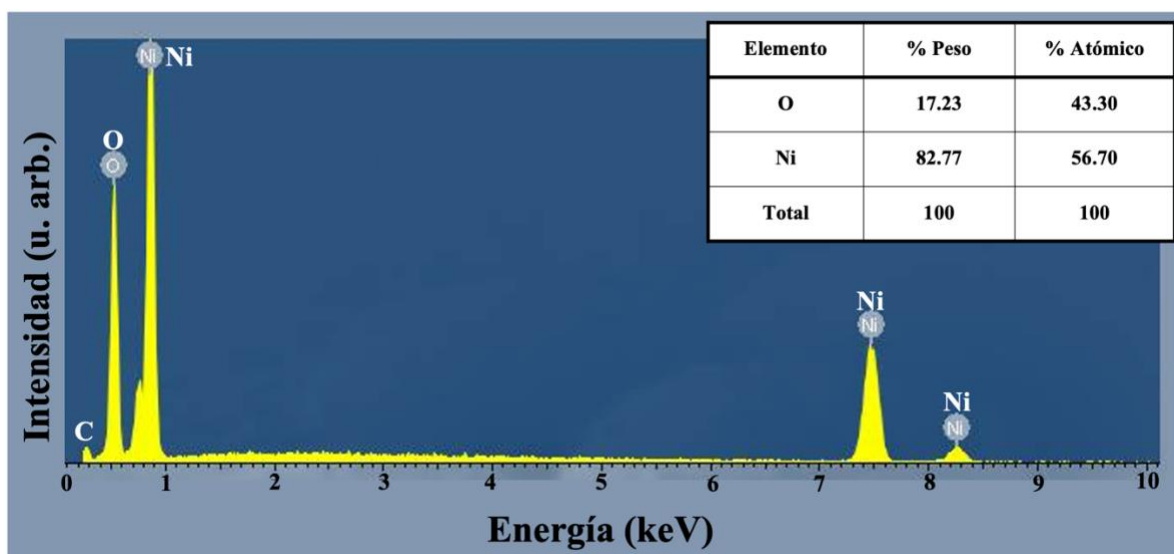


Figura 13. Espectro por EDS del material óxido de níquel sintetizado a 600 °C, presentando señales correspondientes a níquel, y oxígeno.

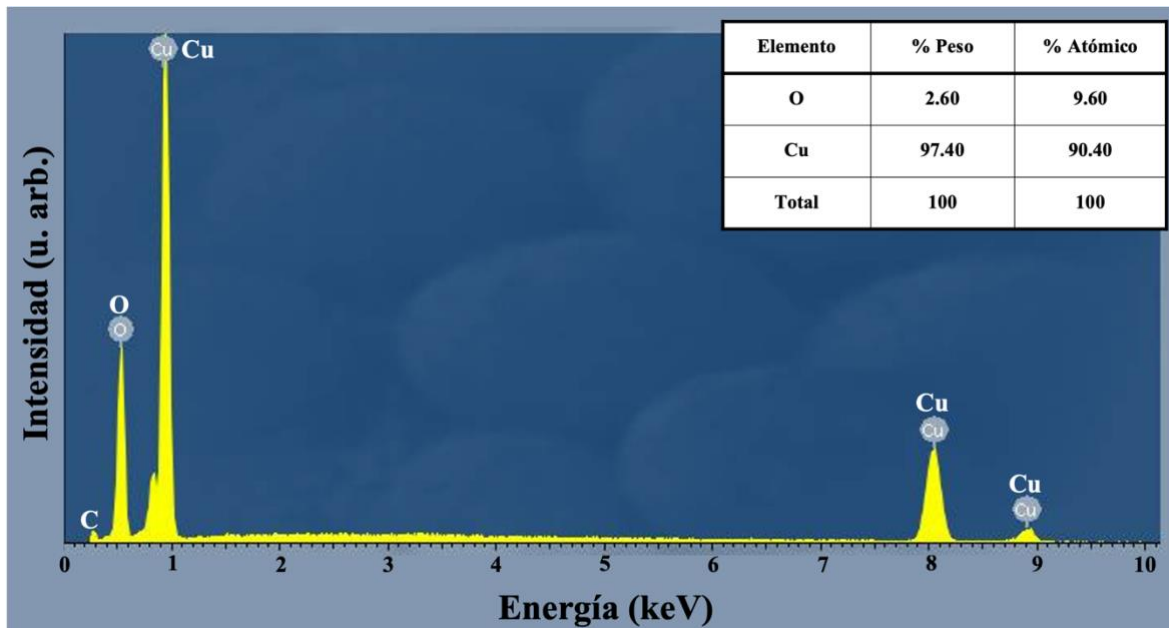


Figura 14. Espectro por EDS del material óxido de cobre sintetizado a 600 °C, presentando señales correspondientes a cobre, y oxígeno.

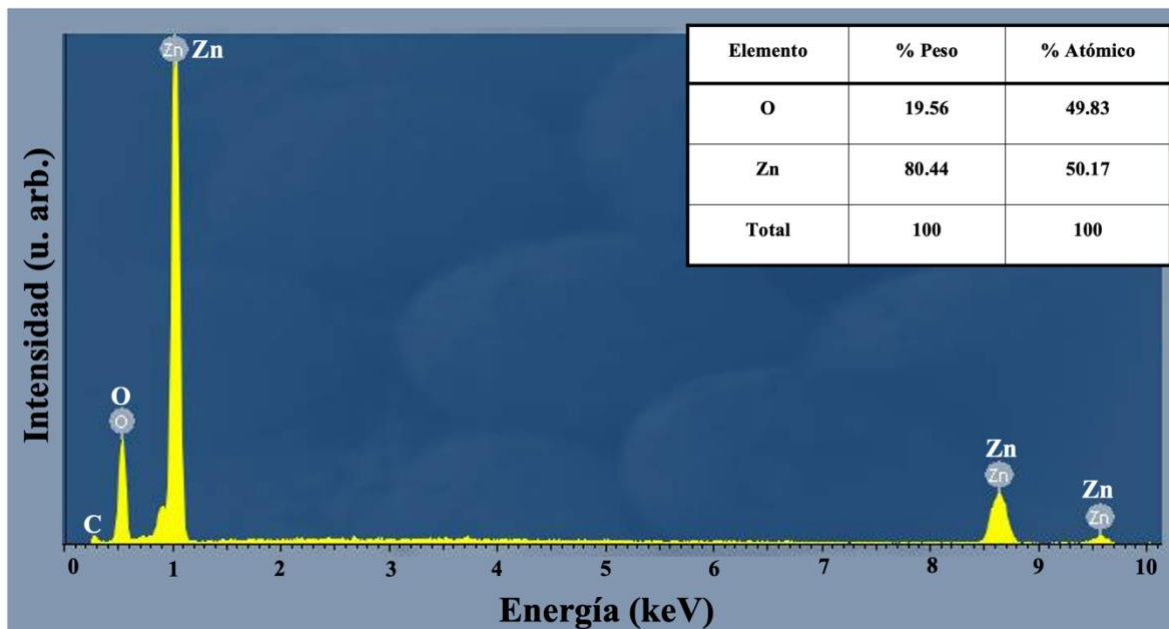


Figura 15. Espectro por EDS del material óxido de zinc sintetizado a 600 °C, presentando señales correspondientes a zinc, y oxígeno.

En la Figura 16 se muestra el espectro del análisis por EDS de la composición química de PbO a 600 °C. Se observan señales para los elementos: Pb, O y C: las señales que son asignadas a plomo (Pb) en 1.83, 2.44, 2.75 y 9.18 keV, de oxígeno (O) en 0.523 keV y la señal a 0.27 keV correspondiente a carbono (C).

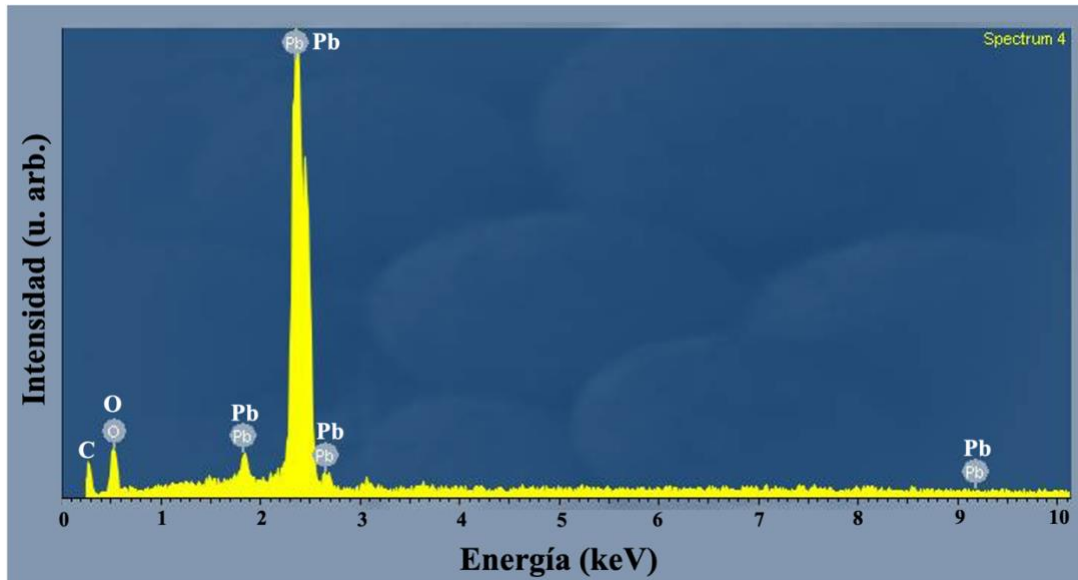


Figura 16. Espectro por EDS del material óxido de plomo sintetizado a 600 °C.

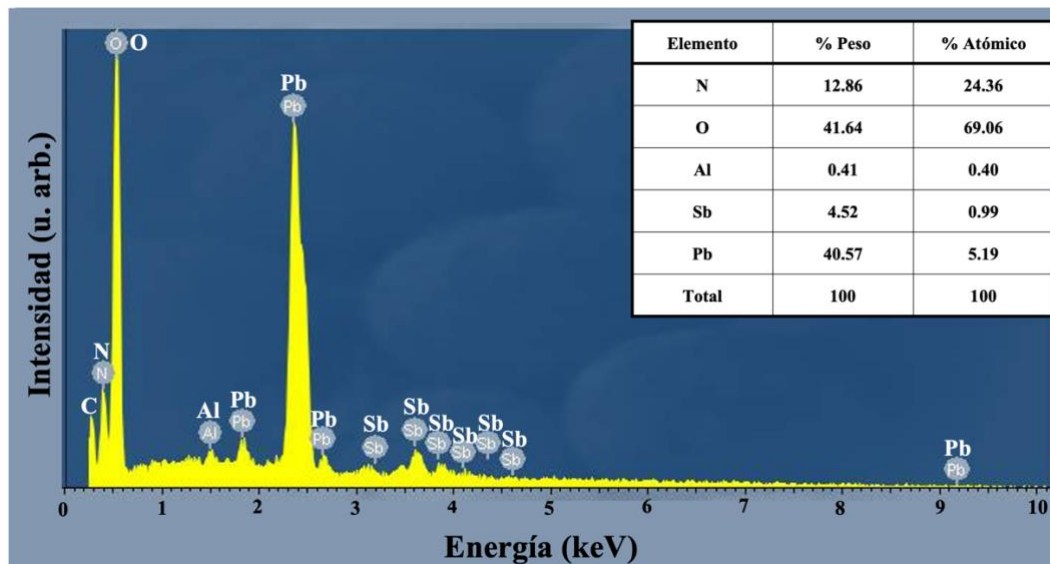


Figura 17. Espectro por EDS de nitrato de plomo.

En la Figura 17 se muestra el espectro del análisis por EDS de la composición química del nitrato de plomo  $Pb(NO_3)_2$ . Se observan señales para los elementos: Pb, O, N, Al, Sb y C: las señales que son asignadas a plomo (Pb) en 1.83, 2.44, 2.75 y 9.18 keV, de oxígeno (O) en 0.53 keV, nitrógeno (N) en 0.39 keV, aluminio (Al) en 1.48 KeV, antimonio (Sb) en 3.27, 3.66, 3.79, 4.13, 4.37, 4.46 keV, y la señal a 0.27 keV correspondiente a carbono (C).

**Tabla 9. Señales obtenidas en el análisis por EDS de los materiales sintetizados.**

<b>Elemento</b>	<b>Señal (Energía KeV) Experimental</b>	<b>Señal (Energía KeV) Referencia [82]</b>
<b>C</b>	0.27	<i>Kα</i> a 0.277
<b>O</b>	0.523	<i>Kα</i> a 0.5249
<b>Ni</b>	0.85	<i>Lα</i> a 0.8515
	7.47	<i>Kα</i> a 7.47815
<b>Cu</b>	8.26	<i>Kβ</i> a 8.264
	0.93	<i>Lα</i> a 0.9297
	8.04	<i>Kα</i> a 8.0477
<b>Zn</b>	8.90	<i>Kβ</i> a 8.902
	1.012	<i>Lα</i> a 1.0117
	8.63	<i>Kα</i> a 8.6388
<b>Pb</b>	9.65	<i>Kβ</i> a 9.6580
	1.83	<i>Mδ</i> a 1.8395
	2.44	<i>Mβ</i> a 2.44
	2.75	<i>Mγ</i> a 2.6527
<b>N</b>	9.18	<i>Lγ</i> a 9.1845
	0.39	<i>Kα</i> a 0.3924
<b>Al</b>	1.48	<i>Kα</i> a 1.4862
	3.27	<i>Lη</i> a 3.2723
<b>Sb</b>	3.66	<i>Lβ</i> a 3.6638
	3.79	<i>Lβ</i> a 3.7926
	4.13	<i>Lγ</i> a 4.1311
	4.37	<i>Lγ</i> a 4.3768
	4.46	<i>Lγ</i> a 4.4638

### IV.3. Microscopía electrónica de barrido

En la figura 18 se muestra las micrografías obtenidas por SEM del material NiO a 600 °C con magnificaciones de 5,000X y 1,000X. Donde se observa la morfología superficial de un conjunto de partículas sin forma definida con un tamaño promedio de  $0.61 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 0.20 \mu\text{m}$  de largo por  $0.38 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 0.11 \mu\text{m}$  de ancho. La figura 19 muestra las micrografías del material CuO a 600 °C. Donde se observa la morfología superficial y el TPP con forma semiesféricas de  $0.84 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 0.20 \mu\text{m}$  de largo por  $0.60 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 0.204 \mu\text{m}$  de ancho. Los datos anteriores se determinaron a partir de 50 mediciones de acuerdo con la sec. III.7.

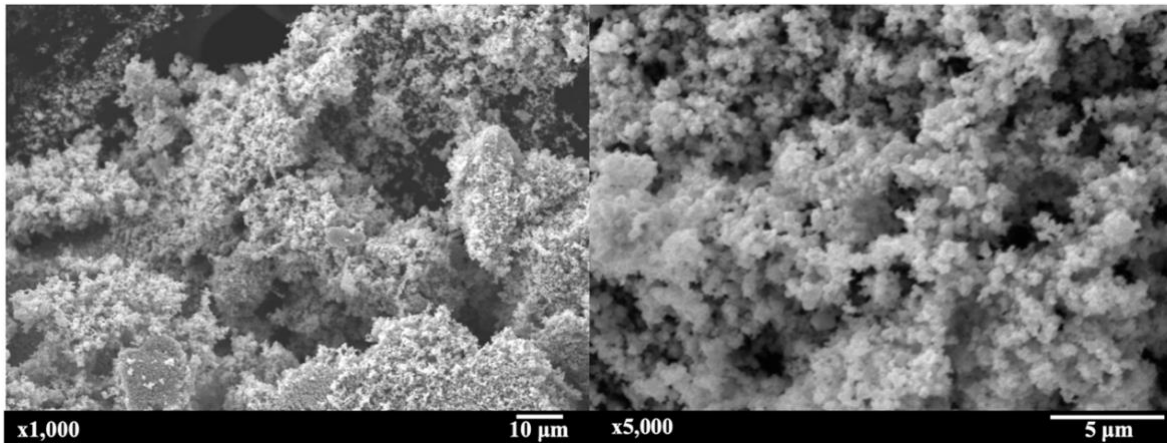


Figura 18. Micrografía por SEM de óxido de níquel sintetizado a 600 °C.

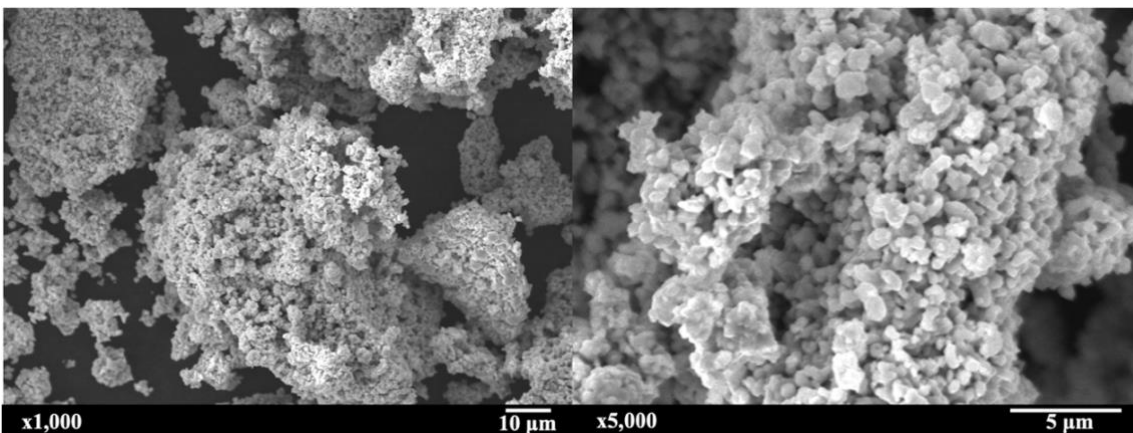
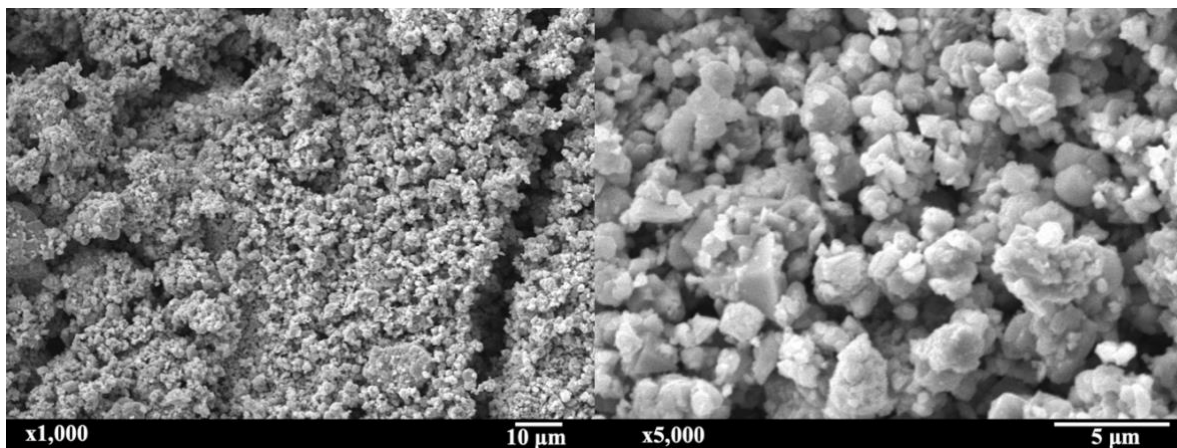
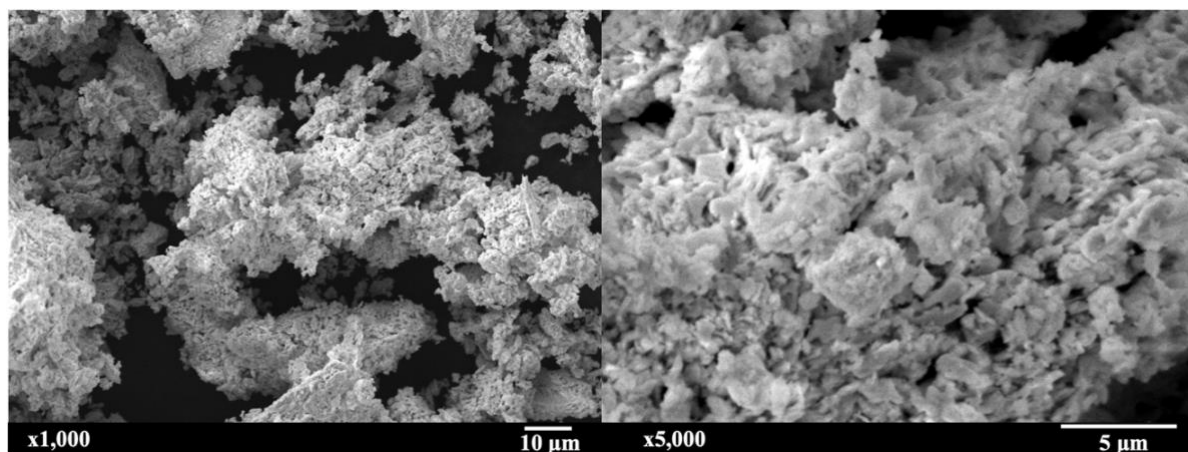


Figura 19. Micrografía por SEM de óxido de cobre sintetizado a 600 °C.

La figura 20 muestra las micrografías obtenidas por SEM del material ZnO a 600 °C con magnificaciones de 5,000X y 1,000X. Donde se observa la morfología superficial de partículas sin forma definida y con forma deltoide con un tamaño promedio de partícula (TPP) de  $1.03 \mu\text{m} \sigma \pm 0.41 \mu\text{m}$  de largo por  $0.78 \mu\text{m} \sigma \pm 0.39 \mu\text{m}$  de ancho. En la figura 21 muestra las micrografías del material PbO a 600 °C. Donde se observa la morfología superficial rugosa y porosa sin forma definina con tamaño promedio de  $1.0 \mu\text{m} \sigma \pm 0.44 \mu\text{m}$  de largo por  $0.56 \mu\text{m} \sigma \pm 0.22 \mu\text{m}$  de ancho.

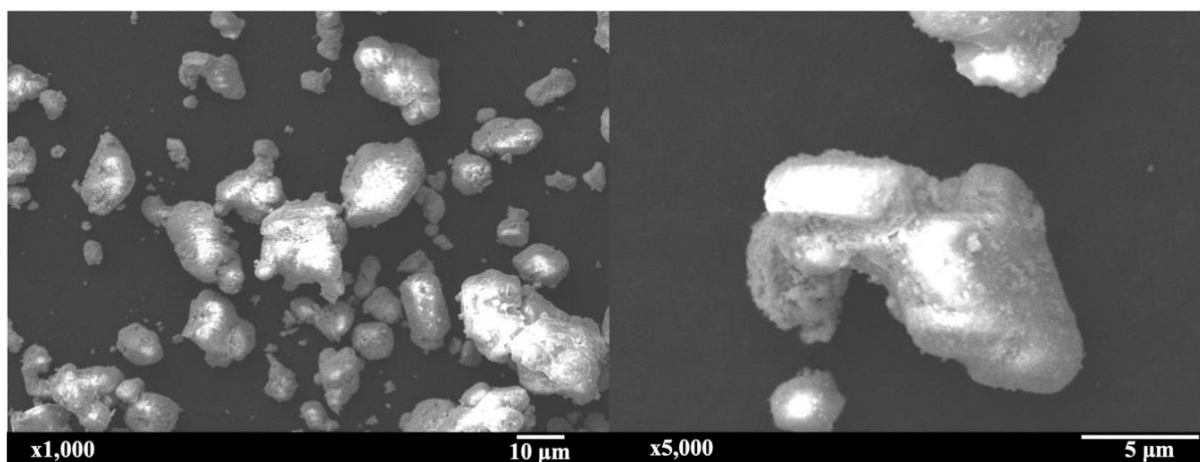


**Figura 20. Micrografía por SEM de óxido de zinc sintetizado a 600 °C.**



**Figura 21. Micrografía por SEM de óxido de plomo sintetizado a 600 °C**

En la figura 22 se muestran las micrografías obtenidas por SEM del material nitrato de plomo con magnificaciones de 5,000X y 1,000X Donde se observa la morfología superficial de partícula con forma ovalada con un tamaño promedio de partícula (TPP) de  $7.83 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 3.87 \mu\text{m}$  de largo por  $5.30 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 2.61 \mu\text{m}$  de ancho. Los datos anteriores se determinaron a partir de 50 mediciones de acuerdo con la sec. III.10.



**Figura 22. Micrografía por SEM de material sintetizado de nitrato de plomo.**

**Tabla 10. Cálculo del tamaño promedio de partícula (TPP) de NiO, CuO, ZnO, PbO, y Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, obtenidos experimentalmente, ver las figuras 18, 19, 20, 21, y 22.**

<b>Material</b>	<b>Largo (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>(Ancho <math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>NiO</b>	$0.61 \sigma \pm 0.20$	$0.38 \sigma \pm 0.11$
<b>CuO</b>	$0.84 \sigma \pm 0.20$	$0.60 \sigma \pm 0.204$
<b>ZnO</b>	$1.03 \sigma \pm 0.41$	$0.78 \sigma \pm 0.39$
<b>PbO</b>	$1.0 \sigma \pm 0.44$	$0.56 \sigma \pm 0.22$
<b>Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub></b>	$7.83 \sigma \pm 3.87$	$5.30 \sigma \pm 2.61$

## V. DISCUSIÓN

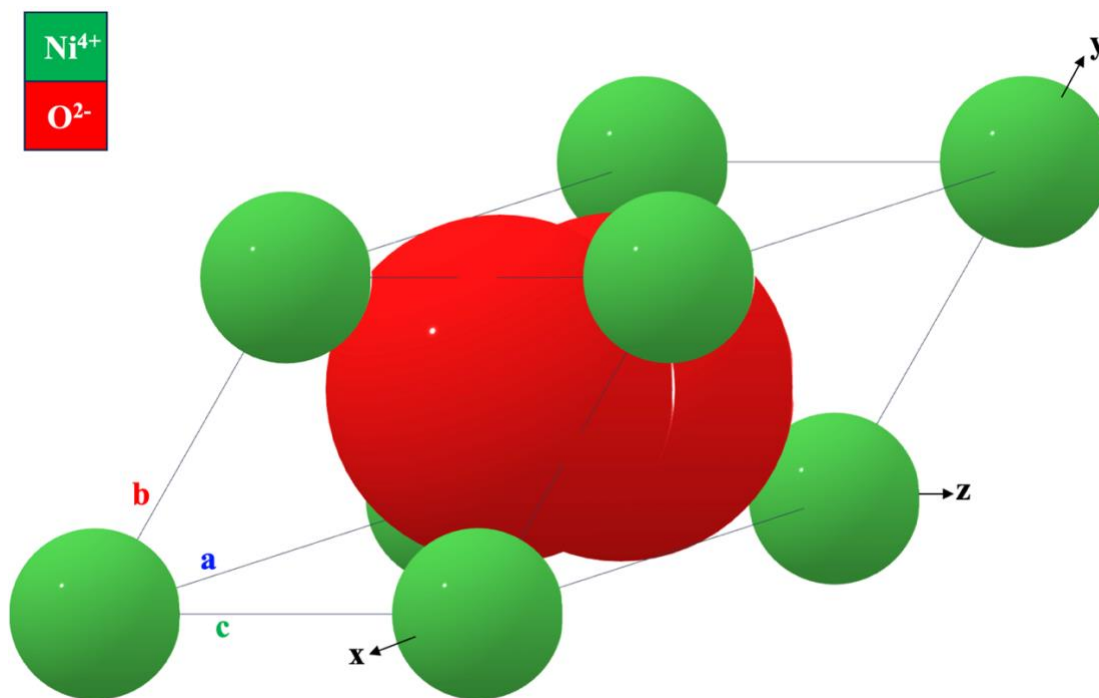
### V.1. Difracción de rayos-X

La figura 8 muestra los patrones de XRD de óxido de níquel sintetizado a 600 °C, señales corresponden a la referencia para el NiO trigonal (ver fig 23) JCPDS 044-1159 estas señales aparecen a (37.249, 43.287, 62.854, 75.406 y 79.374) de  $2\theta$  con índices de Miller 101, 012, 110, 113 y 006 en ese orden. En la figura 9 se muestran los patrones de XRD de CuO sintetizado a 600 °C, señales que corresponden a la referencia para el CuO monoclinico JCPDS 045-0937 (ver fig 24) estas señales aparecen a (32.497, 35.496, 38.731, 48.7 27, 53.453, 58.337, 61.535, 66.250, 68.091, 72.429 y 75.227) de  $2\theta$  con índices de Miller  $\bar{1}01$ , 002, 111,  $\bar{2}02$ , 020, 202,  $\bar{1}13$ ,  $\bar{3}11$ .  $\bar{2}20$ , 311 y  $\bar{2}22$  en ese orden. La figura 10 muestra los patrones de XRD de ZnO sintetizado a 600 °C, señales que corresponden a la referencia para el ZnO hexagonal (ver fig 25) JCPDS 036-1415 estas señales aparecen a (31.770, 34.422, 36.253, 47.539, 56.603, 62.864, 66.380, 67.963, 69.100, 72.562 y 76.955) de  $2\theta$  con índices de Miller 100, 002, 101, 102, 110, 103, 200, 112. 201, 004 y 202 en ese orden. En la figura 11 se muestra el material sintetizado de  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  a partir del plomo metálico residual (terminales de batería) en el difractograma se observan señales correspondientes a la fase de  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  (ver fig 26) con JCPDS 036-1462 estas señales aparecen a (19.564, 22.618, 25.331, 27.786, 32.207, 37.943, 39.698, 46.159, 50.584, 51.998, 57.396, 61.241, 67.341, 70.888, 72.048 y 76.610) de  $2\theta$  con índices de Miller 111, 200, 210, 211, 220, 311, 222, 400. 331, 420, 422, 511, 440, 531, 600 y 620 en ese orden. La figura 12 presenta los patrones de XRD de PbO sintetizado a 600 °C, en donde se encontraron señales que por su similitud a las señales que corresponden a la referencia JCPDS 88-1589 se puede atribuir la obtención de la fase ortorrómbica de  $\beta$ -PbO 88-1589. Sin embargo, en el mismo patrón del material

sintetizado aparecen señales que corresponden a la tarjeta cristalográfica con número 05-0561 correspondiente a la fase  $\alpha$ -PbO. Por lo que se confirma la obtención de una mezcla de  $\alpha$ -PbO y  $\beta$ -PbO (ver las figuras 27 y 28). La tabla 11 muestra los resultados del tamaño de cristal (D). El tamaño del cristal de los óxidos sintetizados aumenta de 66.20 a 152.78 Å.

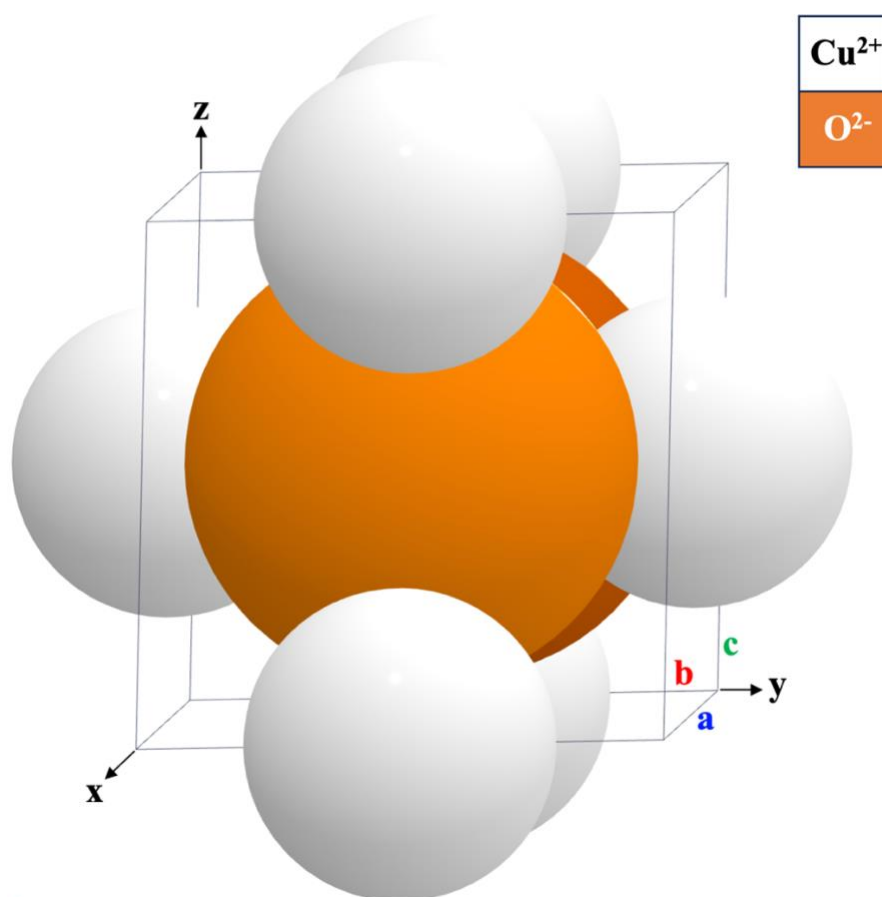
**Tabla 11. Cálculo del tamaño promedio de cristal de NiO, CuO, ZnO, PbO y Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, obtenidos a partir de sus difractogramas, ver las figuras 8, 9, 10, 11 y 12.**

<b>Material</b>	<b>K</b>	<b><math>\lambda</math> (Å)</b>	<b><math>\beta</math> °</b>	<b>Cos<math>\theta</math></b>	<b>D (Å)</b>
NiO 600 °C	0.9	1.5406	1.14	43.27	69.69
CuO 600 °C	0.9	1.5406	1.4	35.6	79.44
ZnO 600 °C	0.9	1.5406	0.74	36.29	107.36
PbO 600 °C	0.9	1.5406	1.2	29.11	66.20
Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0.9	1.5406	0.52	37.93	152.78



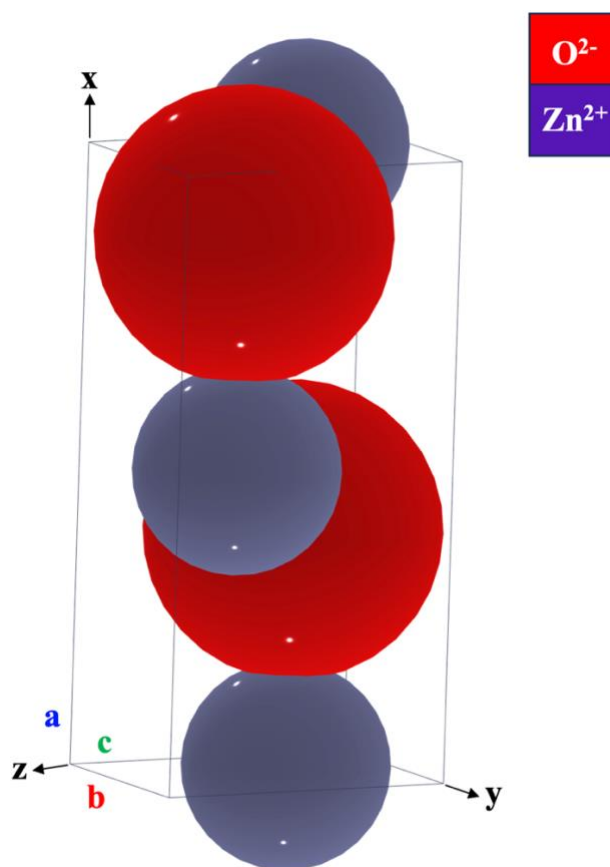
<b>Sistema cristalino</b>	Trigonal
<b>Grupo espacial (SG)</b>	$R\bar{3}m$
<b>Número de SG</b>	166
<b>Parámetros de red</b>	$a = 2.80 \text{ \AA}$
	$b = 2.80 \text{ \AA}$
	$c = 2.80 \text{ \AA}$
<b>Ángulos</b>	$\alpha = 90.0^\circ \quad \beta = 90.0^\circ \quad \gamma = 120.0^\circ$
<b>Radio atómico</b>	$\text{Ni}^{4+} = 0.70 \text{ \AA}$
	$\text{O}^{2-} = 1.21 \text{ \AA}$

**Figura 23. Celda unitaria tipo trigonal de NiO simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-35925).**



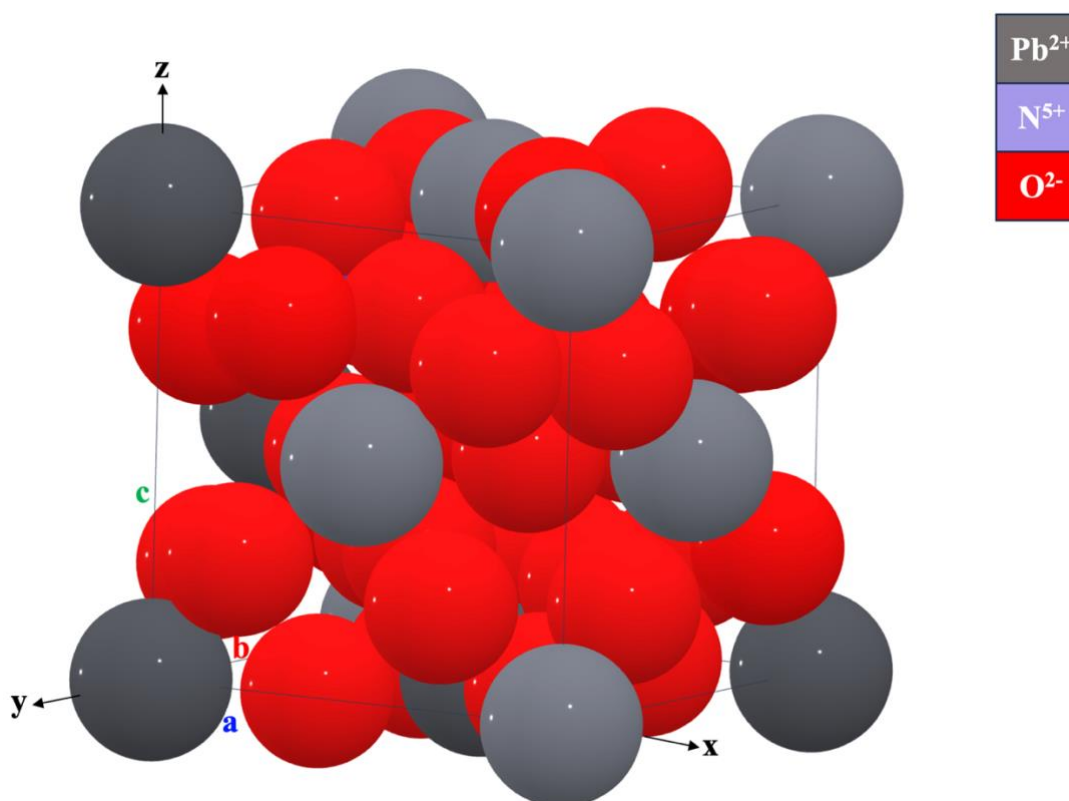
<b>Sistema cristalino</b>	Monoclínico
<b>Grupo espacial (SG)</b>	C2/c
<b>Número de SG</b>	15
<b>Parámetros de red</b>	a = 4.25 Å
	b = 4.06 Å
	c = 5.16 Å
<b>Ángulos</b>	$\alpha = 90.0^\circ$ $\beta = 92.50^\circ$ $\gamma = 90.0^\circ$
<b>Radio atómico</b>	$\text{Cu}^{2+} = 0.71 \text{ \AA}$
	$\text{O}^{2-} = 1.21 \text{ \AA}$

**Figura 24. Celda unitaria tipo monoclínica de CuO simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-704645).**



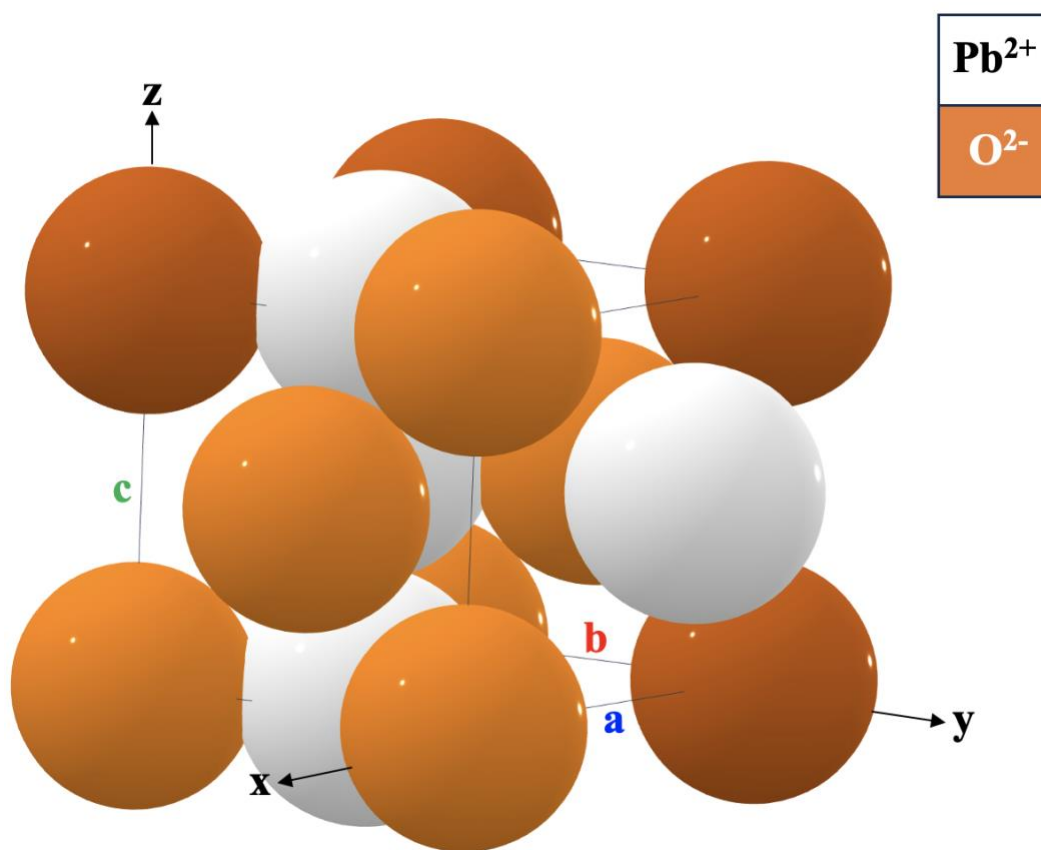
<b>Sistema cristalino</b>	Hexagonal
<b>Grupo espacial (SG)</b>	P6 <sub>3</sub> mc
<b>Número de SG</b>	186
<b>Parámetros de red</b>	a = 3.24 Å
	b = 3.24 Å
	c = 5.22 Å
<b>Ángulos</b>	$\alpha = 90.0^\circ$ $\beta = 90.0^\circ$ $\gamma = 120.0^\circ$
<b>Radio atómico</b>	Zn <sup>2+</sup> = 0.74 Å
	O <sup>2-</sup> = 1.21 Å

**Figura 25. Celda unitaria tipo hexagonal de ZnO simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-2133).**



<b>Sistema cristalino</b>	Cúbico
<b>Grupo espacial (SG)</b>	$\text{Pa}\bar{3}$
<b>Número de SG</b>	205
<b>Parámetros de red</b>	$a = 7.82 \text{ \AA}$
	$b = 7.82 \text{ \AA}$
	$c = 7.82 \text{ \AA}$
<b>Ángulos</b>	$\alpha = 90.0^\circ \quad \beta = 90.0^\circ \quad \gamma = 90.0^\circ$
<b>Radio atómico</b>	$\text{Pb}^{2+} = 1.49 \text{ \AA}$
	$\text{N}^{5+} = 0.30 \text{ \AA}$
	$\text{O}^{2-} = 1.21 \text{ \AA}$

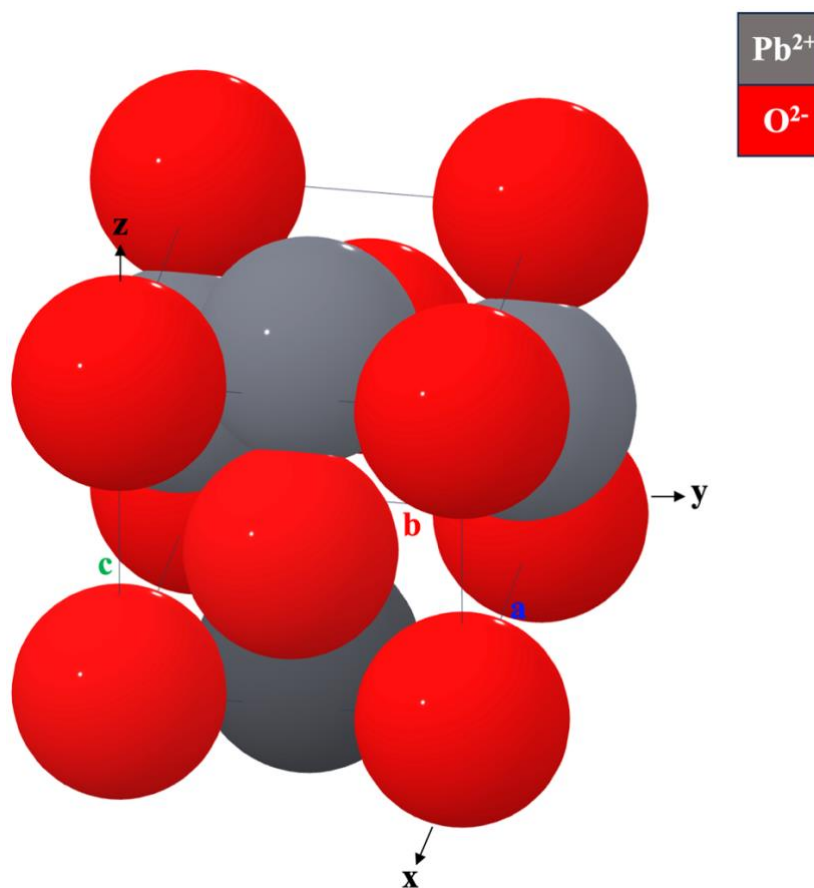
**Figura 26. Celda unitaria tipo cúbica de  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-20820).**



<b>Sistema cristalino</b>	Tetragonal
<b>Grupo espacial (SG)</b>	P4/nmm
<b>Número de SG</b>	129
<b>Parámetros de red</b>	a = 4.00 Å b = 4.00 Å c = 5.26 Å
<b>Ángulos</b>	$\alpha = 90.0^\circ$ $\beta = 90.0^\circ$ $\gamma = 90.0^\circ$
<b>Radio atómico</b>	Pb <sup>2+</sup> = 1.49 Å O <sup>2-</sup> = 1.21 Å

**Figura 27. Celda unitaria tipo tetragonal de  $\alpha$ -PbO simulada a partir de la base de datos**

**Materials Project (ID: mp-19921).**



<b>Sistema cristalino</b>	Ortorrómico
<b>Grupo espacial (SG)</b>	Pbcm
<b>Número de SG</b>	57
<b>Parámetros de red</b>	$a = 4.73 \text{ \AA}$
	$b = 5.62 \text{ \AA}$
	$c = 6.10 \text{ \AA}$
<b>Ángulos</b>	$\alpha = 90.0^\circ \quad \beta = 90.0^\circ \quad \gamma = 90.0^\circ$
<b>Radio atómico</b>	$\text{Pb}^{2+} = 1.49 \text{ \AA}$
	$\text{O}^{2-} = 1.21 \text{ \AA}$

**Figura 28.** Celda unitaria tipo Ortorrómico de  $\beta$ -PbO simulada a partir de la base de datos Materials Project (ID: mp-20870).

## V.2. Espectroscopía por dispersión de energía

La composición química elemental de los materiales sintetizados en este trabajo de investigación se realizó por medio de un detector del microscopio electrónico de barrido que permite identificar la dispersión de energía de rayos-X de las muestras, descrito en la sección III.7. La figura 13 muestra el espectro por EDS de NiO a la temperatura de 600 °C. En el espectro de NiO, solo se observaron las transiciones electrónicas para la Ni en 0.85 keV, 7.47 keV, 8.26 keV y O en 0.523 keV reportados en literatura especializada [94-97] [83, 85]. En figura 14 muestra el espectro por EDS de CuO, a 600 °C, donde solo se observaron las señales que son asignadas a: Cu en 0.93 keV, 8.04 keV, 8.90 keV y O en 0.523 keV. La figura 15 muestra el espectro por EDS de ZnO, a 600 °C. En el espectro de ZnO, solo se observaron las señales que son asignadas a Zn en 1.012 keV, 8.63 keV, 9.66 keV y O en 0.523 keV. La figura 16 muestra el espectro por EDS de PbO a 600 °C. En el espectro de PbO, solo se observaron las transiciones electrónicas para la Pb en 1.85 keV, 2.37 keV, 2.75 keV, 9.18 keV y O en 0.523 keV reportados en literatura especializada. En la figura 17 se muestra el espectro por EDS de Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, donde se observaron las señales que son asignadas a los elementos: Pb, O, N, Al y Sb, la presencia de Al y Sb se le atribuye a impurezas correspondientes a la composición química del plomo metálico proveniente de los residuos sólidos urbanos, terminales de baterías (acumuladores) de automóviles utilizado como precursor.

## V.3. Microscopía electrónica de barrido

En la figura 18 se muestra la micrografía por SEM del material sintetizado de NiO en este trabajo experimental, donde se observan un cúmulo de partículas sin forma definida con

un tamaño promedio de 0.61  $\mu\text{m}$  de largo por 0.38  $\mu\text{m}$  de ancho. La figura 19 presenta la micrografía de CuO con una superficie lisa con formas semiesféricas de 0.84  $\mu\text{m}$  de largo por 0.60  $\mu\text{m}$  de ancho. El material ZnO se muestra en la figura 20, como se puede observar presenta una superficie lisa con morfología deltoide con un tamaño promedio de 1.03  $\mu\text{m}$  de largo por 0.78  $\mu\text{m}$  de ancho. La figura 21 presenta la micrografía de PbO donde se observan partículas con poros sin forma definida correspondiente a los óxidos de plomo  $\text{Pb}_x\text{O}_y$  sintetizados a partir del nitrato de plomo definina con tamaño promedio de 1.0  $\mu\text{m}$  de largo por 0.56  $\mu\text{m}$  de ancho. En la figura 22 se observa la micrografía por SEM de nitrato de plomo donde se muestran partículas blancas brillantes sin forma definida con un tamaño promedio de 7.83  $\mu\text{m}$  de largo por 5.30  $\mu\text{m}$  de ancho., mismas que pertenecen a  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  que se sintetizó a partir del plomo metálico y que al recibir un tratamiento térmico sirve a su vez como precursor del óxido de plomo. Cabe señalar que para poder calcular el promedio del tamaño de las partículas, se tomaron 50 partículas de las micrografías lo más uniformes posibles, se realizaron las mediciones y se determinó la media y desviación estandar.

## VI. CONCLUSIÓN

En este trabajo de investigación se confirma la síntesis de la fase cristalográfica de  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  a partir de utilizar plomo metálico residual (terminales de baterías) como precursor. Se confirma las síntesis de las fases binarias de NiO, CuO, ZnO, y PbO a 600 °C por la metodología de descomposición térmica, los materiales presentaron un tamaño de cristal de 66 hasta 107 Å (véase la tabla 11). La síntesis de las fases de NiO, CuO, ZnO, y PbO obtuvieron un rendimiento de reacción de: 92 %, 94 %, 96 %, y 99 %, respectivamente. Por lo anterior, se recomienda la metodología propuesta en este trabajo de investigación como una alternativa para disminuir la contaminación por plomo residual y generar materiales de óxido de níquel, óxido de cobre, óxido de zinc, y óxido de plomo.

## VII. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Salas-Marcia C. et al., (2019). Fuentes de contaminación por plomo en alimentos, efectos en la salud y estrategias de prevención. *Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha*, 20(1). <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=81359562002>
- [2] R. Zhang, V.L. Wilson, A. Hou, G. Meng, Source of lead pollution, its influence on public health and the countermeasures, *Int. J. of Health, Animal science and Food safety*, 2 (2015) 18–31. <https://doi.org/10.13130/2283-3927/4785>
- [3] U.S. Geological Survey, Mineral commodity summaries 2016. U.S. Geological Survey.
- [4] Laurent, S. et al. (2018). Metal Oxide Particles and Their Prospects for Applications. *Iron Oxide Nanoparticles for Biomedical Applications*. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101925-2.00001-2>
- [5] Nair, S.P.N. y Murugavel, P. (2013). Oxides: Their properties and uses. *Comprehensive Inorganic Chemistry II*. (4). [Doi.org/10.1016/B978-0-08-097774-4.00403-4](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-097774-4.00403-4)
- [6] Rodríguez, J. A. y Fernández-García, M. (2007). *Synthesis, properties, and applications of oxide nanomaterials*. Wiley.
- [7] Martín, N. et al. (2021). Óxidos nanoestructurados de metales de transición con aplicaciones en catálisis. *Mundo Nano*. 14(26). [doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2021.26.69632](https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2021.26.69632)
- [8] Patil, K. C. et al. (2008). *Chemistry of nanocrystalline oxide materials, Combustion Synthesis, Properties and Applications*. World Scientific.
- [9] Cotton, F. y Wilkinson, G. (2005). *Química inorgánica avanzada*. Mexico, Limusa.
- [10] Reenwood N.N. and Earnshaw A. (1986). *Chemistry of the elements*. Pergamon Press, UK.
- [11] Constable, E. C. (2019). Evolution and understanding of the d-block elements in the periodic table. *Dalton Transactions*, 48. [doi:10.1039/c9dt00765b](https://doi.org/10.1039/c9dt00765b)
- [12] Rosenberg, S. J. (1968). *Nickel and Its Alloys*, Washington, D.C., Institute for Materials Research National Bureau of Standards.
- [13] Rodríguez, J. A. y Fernández-García, M. (2007). *Synthesis, properties, and applications of oxide nanomaterials*. Wiley.

- [14] M. P. Deshpande, Kiran N. Patel, Vivek P. Gujarati, Kamakshi Patel, y S. H. Chaki. (2016). Structural, Thermal and Optical Properties of Nickel Oxide (NiO) Nanoparticles Synthesized by Chemical Precipitation Method. *Advanced Materials Research*. 1141, 65-71.
- [15] Juan C. Sarmentero R. (2010). Impacto de la Logística Inversa en el Mercado del Cobre en España [MASTER EN INGENIERÍA DE RECURSOS NATURALES]. Universitat Politècnica de Catalunya.
- [16] Servicio geológico Mexicano. (2020). Anuario Estadístico de la Minería Mexicana (No. 50). Gobierno de México
- [17] Kayani N. Z. et al. (2015). Characterization of Copper Oxide Nanoparticles Fabricated by the Sol–Gel Method. *Journal of ELECTRONIC MATERIALS*. 44(10), 3704-3708. DOI: 10.1007/s11664-015-3867-5
- [18] Ríos G., Gianninib C., Siliqib D., Altamurab D., Sibillanob T., Solísa J. L. y Gómez M. M. (2015). ESTUDIO MORFOLÓGICO Y ESTRUCTURAL DE NANOPARTÍCULAS DE CuO EMPLEANDO TÉCNICAS DE DISPERSIÓN DE LUZ Y RAYOS X. *Rev Soc Quím Perú*. 81(3), 254-262.
- [19] Feng, Q. et al., (2022). Flotation of copper oxide minerals: A review. *International Journal of Mining Science and Technology* 32, 1351-1364. <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2022.09.011>
- [20] Amrut S. L. et al. (2010). Synthesis and optical characterization of copper oxide nanoparticles. *Advances in Applied Science Research*. 1(2), 36-40
- [21] Habashi, F. (2000). Discovering the 8th Metal – A History of Zinc. International Zinc Association (IZA). Bruselas, Bélgica.
- [22] Takemura K. (2019). The Zinc Story under High Pressure. *J. Minerals and Materials Characterization and Engineering*. 7. 354-372. DOI: 10.4236/jmmce.2019.75024
- [23] Tena, R. (2004). El óxido de zinc: crecimiento cristalino mediante transporte en fase gaseosa y caracterización de propiedades físicas. [tesis de pregrado, Universitat de València].
- [24] Verdeja, L. P., García, C. P. y Huerta, M. A. (1992). El óxido de zinc: propiedades y aplicaciones. *RDM: Revista de Minas*. 7, 87-96.
- [25] Malhotra, S. P. Mandal, T. K. (2019). Zinc oxide nanostructure and its application as agricultural and industrial material. <http://doi: 10.26832/AESA-2019-CAE-0171-01>

- [26] Jiang, Z. et al. (2023). Research progresses in preparation methods and applications of zinc oxide nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds* 956 <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.170316>.
- [27] Martinez, O., S.. (2022). Lead for Fixing Metals in Construction. *Journal of Traditional Building, Architecture and Urbanism*, 3.
- [28] Mikhail Boldyrev, et al. (2018). Lead: properties, history, and applications. *WikiJournal of Science*. 1(2), 7. doi: 10.15347/wjs/2018.007
- [29] Wani, L. A. et al. (2015). Lead toxicity: a review. *Interdiscip Toxicol*. 8(2), 55–64. doi: 10.1515/intox-2015-0009
- [30] Lin, D. y Qiu K. (2011). Recycling of waste lead storage battery by vacuum methods. *Waste Management* 31. 1547-1552. doi:10.1016/j.wasman.2011.02.019
- [31] Azcona C. M. I. et al. (2015). Efectos tóxicos del plomo. *Rev Esp Méd Quir*. 20, 72-77.
- [32] Mason, H. L. et al. (2014). Pb Neurotoxicity: Neuropsychological Effects of Lead Toxicity. *BioMed Research International*. 8. <https://doi.org/10.1155/2014/840547>
- [33] O.C. Eneh, P.A. Akah. (2012). Acute toxicity assessment of crude lead-extract from electronic waste materials in Nigeria. *African Journal of Biotechnology*, 11(88). <http://dx.doi.org/10.5897/AJB12.2476>
- [34] Villalón López U. A. (2020). Descomposición Catalítica de Polietileno de Baja Densidad a Hidrocarburos de Bajo Peso Molecular Sobre Óxidos de Plomo [Doctor en Ciencias]. Universidad Autónoma de Baja California.
- [35] Pohanish, P. R. (2017). Sittig's handbook of toxic and hazardous chemicals and carcinogens (7ma ed) EL SEVIER, William Andrew.
- [36] Apaydin, F. K., et al. (2015). Lead Nitrate Induced Testicular Toxicity in Diabetic and Non-Diabetic Rats: Protective Role of Sodium Selenite. *Braz. Arch. Biol. Technol*. 58. 68-74. <http://dx.doi.org/10.1590/S1516-8913201400025>
- [37] Sabah M. Ahmed, et al. (2021). Synthesis and characterization of lead oxide nanostructures for radiation attenuation application. *Materials Science in Semiconductor Processing* 130. Doi.org/10.1016/j.mssp.2021.105830
- [38] Efectos en la salud y estrategias de prevención. *Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha*, 20(1). : <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=81359562002>

- [39] Dale L. Perry. (2010). *Transparent Electronics: From Synthesis to Applications*. John Wiley & Sons Ltd.
- [40] Azade, Yelten y Suat Yilmaz. (2016). Various Parameters Affecting the Synthesis of the Hydroxyapatite Powders by the Wet Chemical Precipitation Technique. *Materials Today: Proceedings* 3(9), 2869-2876.
- [41] Rudeerat, S. (2015). Effect of zinc oxide nanoparticles synthesized by a precipitation method on mechanical and morphological properties of the CR foam. *Bull. Mater. Sci.* 38(4), 1033–1038.
- [42] Nikam, A., Bhagavatula, P. y Kulkarni, A. (2018). Wet Chemical Synthesis of Metal Oxide Nanoparticles: A Review. *CrystEngComm*. doi:10.1039/C8CE00487K.
- [43] Rudeerat, S. (2015). Effect of zinc oxide nanoparticles synthesized by a precipitation method on mechanical and morphological properties of the CR foam. *Bull. Mater. Sci.* 38(4), 1033–1038.
- [44] Feng, Shouhua y Xu, Ruren. (2001). New Materials in Hydrothermal Synthesis. *Acc. Chem. Res* 34(3), 239–247. doi:10.1021/ar0000105
- [45] Ahsan Habib, et al., (2020). HYDROTHERMAL SYNTHESIS OF CuO NANOPARTICLES AND A STUDY ON PROPERTY VARIATION WITH SYNTHESIS TEMPERATURE. *Journal of Applied and Fundamental Sciences*, 6(2).
- [46] Rebecca H. Laye y Eric J.L. McInnes (2004). Solvothermal Synthesis of Paramagnetic Molecular Clusters. *Eur. J. Inorg. Chem* (14), 2811–2818. doi:10.1002/ejic.200400256
- [47] Aslani, A. y Oroojpour, V. (2011). CO gas sensing of CuO nanostructures, synthesized by an assisted solvothermal wet chemical route. *Physica B* 406, 144–149. doi:10.1016/j.physb.2010.09.038
- [48] Danks, A. E., Hall, S. R. y Schnepf, Z. (2016). The evolution of ‘sol–gel’ chemistry as a technique for materials synthesis. *Mater. Horiz*, doi:10.1039/C5MH00260E
- [49] Yousefi, Ramin; Khorsand Zak, Ali; Jamali-Sheini, Farid; Huang, Nay Ming; Basirun, Wan Jeffrey; Sookhakian, M. (2014). Synthesis and characterization of single crystal PbO nanoparticles in a gelatin medium. *Ceramics International*, 40(8), 11699–11703. doi:10.1016/j.ceramint.2014.03.180

- [50] A. S. Manukyan, et al. (2012). Nickel nanoparticles in carbon structures prepared by solid-phase pyrolysis of nickel-phthalocyanine. *J Nanopart Res* 14(7). doi:10.1007/s11051-012-0982-6
- [51] Wang, Zhijian; Zhang, Haiming; Zhang, Ligong; Yuan, Jinshan; Yan, Shenggang; Wang, Chunyan (2003). Low-temperature synthesis of ZnO nanoparticles by solid-state pyrolytic reaction. 14(1), 11–15. doi:10.1088/0957-4484/14/1/303
- [52] Zhen-Xing Tang, et al. (2008). Preparation of nano-CaO using thermal-decomposition method. *Materials letters* 62(14), 2096–2098. doi:10.1016/j.matlet.2007.11.053
- [53] Wenzhong Wang; Yingkai Liu; Congkang Xu; Changlin Zheng; Guanghou Wang (2002). Synthesis of NiO nanorods by a novel simple precursor thermal decomposition approach. 362(1-2), 119–122. doi:10.1016/s0009-2614(02)00996-x
- [54] Hasanpoor, M., Aliofkhaezrai, M. y Delavari, H. (2015). Microwave-assisted Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles. *Procedia Materials Science*, 11, 320–325. doi:10.1016/j.mspro.2015.11.101
- [55] Shengying Li; Wu Yang; Miao Chen; Jinzhang Gao; Jingwan Kang; Youli Qi (2005). Preparation of PbO nanoparticles by microwave irradiation and their application to Pb(II)-selective electrode based on cellulose acetate. 90(2-3), 262–269. doi:10.1016/j.matchemphys.2004.02.022
- [56] Friscic, T., Mottillo, C. y Titi, Hatem M. (2019). Mechanochemistry for Synthesis. *Angewandte Chemie*. doi:10.1002/ange.201906755
- [57] Do, Jean-Louis; Friščić, Tomislav (2017). Mechanochemistry: A Force of Synthesis. *ACS Central Science*, 3(1), 13–19. doi:10.1021/acscentsci.6b00277
- [58] Weiqin Ao; Junqin Li; Huaming Yang; Xierong Zeng; Xiaocui Ma (2006). Mechanochemical synthesis of zinc oxide nanocrystalline. 168(3), 148–151. doi:10.1016/j.powtec.2006.07.014
- [59] Wanzhong Zhang, Xueliang Qiao, y Jianguo Chen (2007). Synthesis of silver nanoparticles—Effects of concerned parameters in water/oil microemulsion. *Materials Science and Engineering B* 142(1), 1–15. doi:10.1016/j.mseb.2007.06.014
- [60] Ganguli K. A., Ganguly A. y Vaidya S. (2009). Microemulsion-based synthesis of nanocrystalline materials. *Chem. Soc. Rev.* 39, 474–485. doi:10.1039/b814613f

- [61] Yu Du; Weinan Wang; Xiaowei Li; Jing Zhao; Jinming Ma; Yinping Liu; Geyu Lu (2012). Preparation of NiO nanoparticles in microemulsion and its gas sensing performance. 68(none), 168–170. doi:10.1016/j.matlet.2011.10.039
- [62] Authier, A. (2013). *Early Days of X-ray Crystallography*. First edition. U.K.: Oxford University Press.
- [63] Fontal, B. (2005). *El Espectro Electromagnético y sus Aplicaciones*, Mérida Venezuela, Escuela Venezolana para la Enseñanza de la Química.
- [64] Bartolo-Pérez, P. y Peña, J.L. (1998). El análisis elemental de las superficies de los sólidos mediante las espectroscopias Auger y fotoelectrones de rayos X. *Revista Mexicana de Física*. 44(1), 9-23.
- [65] Lifshin E. *X-ray Characterization of Materials*. Wiley VCH, Germany 1999. 255 pp.
- [66] Brundle R. Charles E. Wilson S. *Texto: Encyclopedia of materials characterization surfaces, interfaces, thin films*. Butterworth - Heinemann. USA 1992. 745 pp.
- [67] Borchardt-Ott, W. (2011). *Crystallography: An Introduction*. Third edition. Berlin: Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-16452-1>
- [68] Suryanarayana, C. y Grant N. M. (1998). *X-Ray Diffraction A Practical Approach* (1.ra ed.) Springer Science+Business Media, LLC
- [69] Flint, E. (1966). *Principios de Cristalografía*. Moscú, Rusia: Editorial Paz.
- [70] Piña, C. M. (2014). Los fundamentos de la Cristalografía: una reseña histórica. *An. Quím.* 110(4), 294-302.
- [71] Bradley D. F. *Materials Chemistry*. 2da edition. Springer. MI, USA. 2011. 736 pp.
- [72] Rodríguez-Lara, J. (1986). *Fundamentos de Cristalografía Física (Volumen 8)*. Washington, D.C.: The General Secretariat of the Organization of American States.
- [73] Fabio H., Martínez P. y Albeiro H. (2006). *Fundamentos de Cristalografía* (1.ra ed.) Ediciones Elizcom
- [74] Partners for the International Year of Crystallography. (2014). *La cristalografía sí importa [boletín]*. United Nations Educational, Scientific and Cultural Organization.
- [75] Sánchez Lera, R. M. y Oliva García, N. R. (2015). Historia del microscopio y su repercusión en la Microbiología. *Humanidades Médicas*, 15(2).

- [76] J. L. Prin, G. Hernandez, y B., R., Gascue. (2010). Operando el microscopio electrónico como herramienta para el estudio de los polímeros y otros materiales. I. El microscopio electrónico de barrido (MEB) 11(1) Revista Iberoamericana de Polimeros.
- [77] Bradley D. F. Materials Chemistry. Second edition. Springer. MI, USA. 2011. 736 pp.
- [78] Penagos, J. C. (2013). Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). Elementos. 3(3), 133-146.
- [79] J. Goldstein, D. Newbury, P. Echlin, D. Joy, C. Lyman, E. Lifshin, L. Sawyer, J. Michael. Texto: Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. Editorial Kluwer Academic/Plenum Press, New York USA, 2003. 673 pp.
- [80] Garratt-Reed, A., & Bell, D. (2003). Energy-Dispersive X-Ray Analysis in the Electron Microscope. U.K.: BIOS Scientific Publishers Limited.
- [81] Wagner, Lawrence C. (1999). Failure Analysis of Integrated Circuits || Energy Dispersive Spectroscopy. Chapter 12, 205–215. doi:10.1007/978-1-4615-4919-2\_12
- [82] J. A. Bearden, (1967). X-Ray Wavelengths. Review of Modern Physics. 39(1), 78-124.
- [83] Scherrer P. (1912). Bestimmung der inneren Struktur und der Größe von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen. In: Kolloidchemie Ein Lehrbuch. Chemische Technologie in Einzeldarstellungen. Berlin: Springer. [https://doi.org/10.1007/978-3-662-33915-2\\_7](https://doi.org/10.1007/978-3-662-33915-2_7)
- [84] Patterson, A. L. (1939). The Scherrer formula for X-ray particle size determination. Phys. Rev, 56 (10), 978. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.56.978>
- [85] G. Zschornack, Handbook of X-Ray Data, Springer Berlin Heidelberg New York. (2007) 969.
- [86] Martínez, G. L. (2018). DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X [Grado en Física]. Universidad de Cantabria

## VIII. APÉNDICES

### Apéndice 1. Metodología de la síntesis de óxido níquel-plomo $Ni_xPb_yO_z$

La síntesis de  $Ni_xPb_yO_z$ , se realiza pesando nitrato de níquel hexahidratado  $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  y nitrato de plomo  $Pb(NO_3)_2$  en una relación molar 2:1, ambos se colocan en un canoa de porcelana, y se introducen dentro de un tubo de cuarzo (82 cm de longitud, 2.8 cm de diámetro externo y 2.7 cm de diámetro interno) en el interior de un horno eléctrico en posición horizontal marca Thermo Scientific modelo Lindberg Blue M Mini-Mite Tube Furnace TF55035C-1. Por el interior del tubo de cuarzo se alimenta un flujo continuo de aire a  $60 \text{ cm}^3/\text{min}$ , a las temperaturas de 600, 700 y  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  durante 1 hora. Los gases generados durante cada reacción fueron neutralizados en una trampa de una disolución de NaOH al 10 % y finalmente ventilados.

### Apéndice 2. Síntesis de óxido cobre-plomo $Cu_xPb_yO_z$

La síntesis de  $Cu_xPb_yO_z$ , se realiza pesando nitrato de cobre dihidratado  $Cu(NO_3)_2 \cdot 2.5H_2O$  y nitrato de plomo  $Pb(NO_3)_2$  en una relación molar 2:1, ambos se colocan en un canoa de porcelana, y se introducen dentro de un tubo de cuarzo (82 cm de longitud, 2.8 cm de diámetro externo y 2.7 cm de diámetro interno) en el interior de un horno eléctrico en posición horizontal marca Thermo Scientific modelo Lindberg Blue M Mini-Mite Tube Furnace TF55035C-1. Por el interior del tubo de cuarzo se alimenta un flujo continuo de aire a  $60 \text{ cm}^3/\text{min}$ , a las temperaturas de 600, 700 y  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  durante 1 hora. Los gases generados durante cada reacción fueron neutralizados en una trampa de una disolución de NaOH al 10 % y finalmente ventilados.

### **Apéndice 3. Síntesis de óxido zinc-plomo $Zn_xPb_yO_z$**

La síntesis de  $Zn_xPb_yO_z$ , se realiza pesando nitrato de zinc hexahidratado  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  y nitrato de plomo  $Pb(NO_3)_2$  en una relación molar 2:1, ambos se colocan en un canoa de porcelana, y se introducen dentro de un tubo de cuarzo (82 cm de longitud, 2.8 cm de diámetro externo y 2.7 cm de diámetro interno) en el interior de un horno eléctrico en posición horizontal marca Thermo Scientific modelo Lindberg Blue M Mini-Mite Tube Furnace TF55035C-1. Por el interior del tubo de cuarzo se alimenta un flujo continuo de aire a  $60 \text{ cm}^3/\text{min}$ , a las temperaturas de 600, 700 y  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  durante 1 hora. Los gases generados durante cada reacción fueron neutralizados en una trampa de una disolución de NaOH al 10 % y finalmente ventilados.

#### Apéndice 4. Difracción de rayos-X de óxidos ternarios

En la figura 29 se presentan tres patrones de XRD experimentales y tres de referencia (ver sección VII). Los difractogramas experimentales corresponden a los materiales óxidos ternarios de níquel-plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) obtenidos mediante tratamiento térmico variando la temperatura en intervalos de 100 °C desde 600 °C hasta 800 °C.

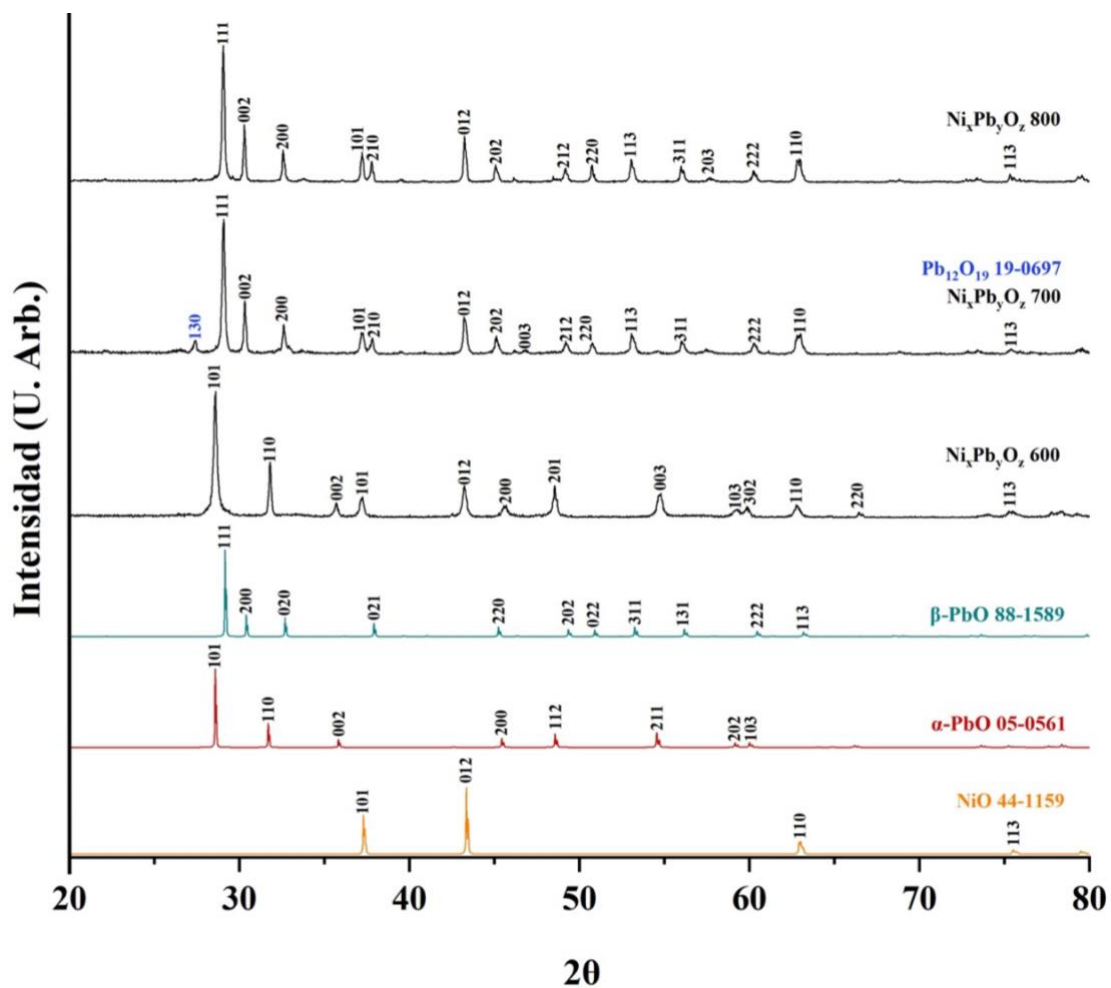


Figura 29. Patrones de XRD de los materiales óxidos ternarios de níquel-plomo sintetizados a 600 °C, 700 °C, y 800 °C.

En la figura 30 se presentan tres patrones de XRD experimentales y cinco de referencia. Los difractogramas experimentales corresponden a los materiales óxidos ternarios de níquel-plomo ( $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) obtenidos mediante tratamiento térmico variando la temperatura en intervalos de 100 °C desde 600 °C hasta 800 °C.

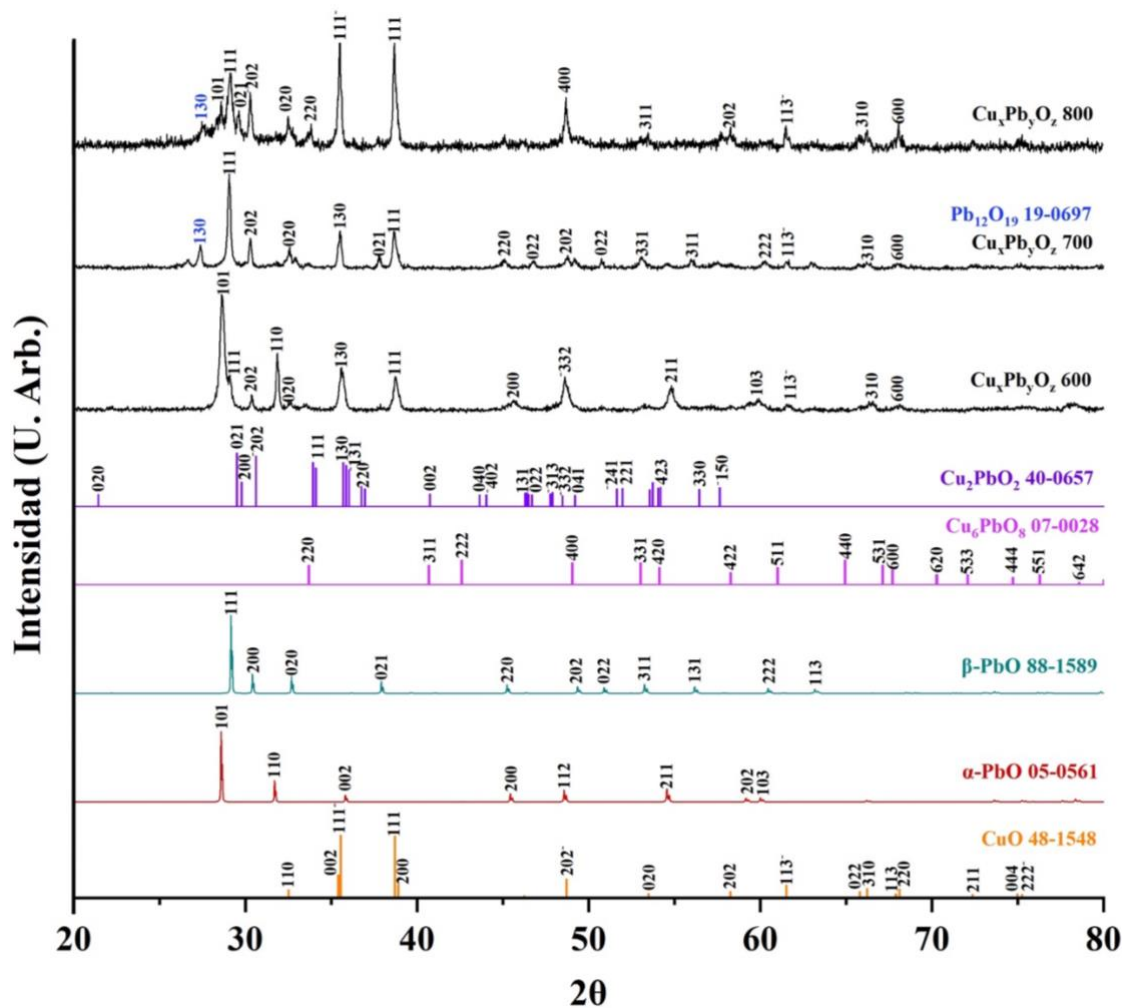


Figura 30. Patrones de XRD de los materiales óxidos ternarios de cobre-plomo sintetizados a 600 °C, 700 °C, y 800 °C.

En la figura 31 se presentan tres patrones de XRD experimentales y cinco de referencia. Los difractogramas experimentales corresponden a los materiales óxidos ternarios de níquel-plomo ( $Zn_xPb_yO_z$ ) obtenidos mediante tratamiento térmico variando la temperatura en intervalos de 100 °C desde 600 °C hasta 800 °C.

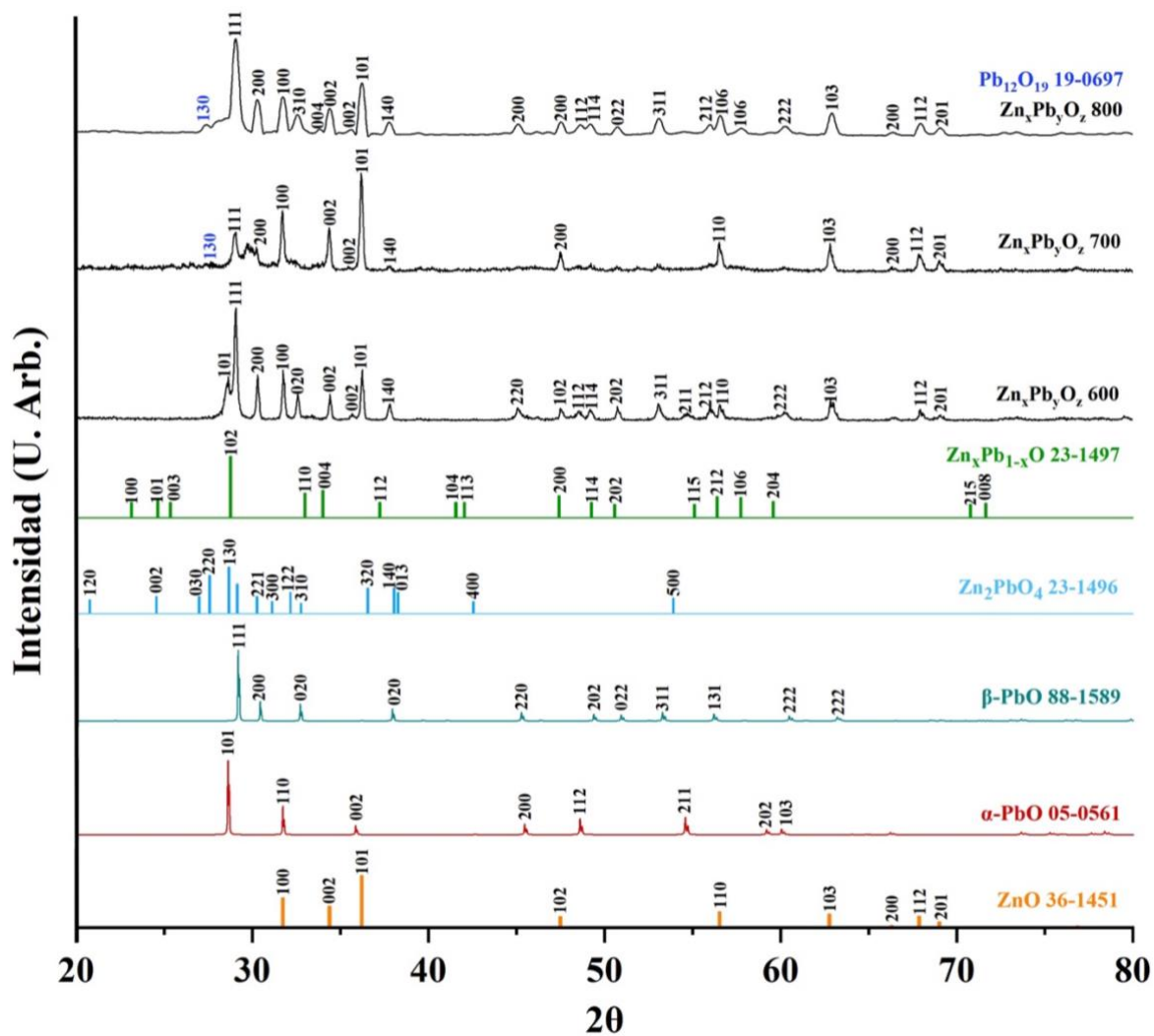


Figura 31. Patrones de XRD de los materiales óxidos ternarios de zinc-plomo sintetizados a 600 °C, 700 °C, y 800 °C.

### Apéndice 5. Espectroscopía por dispersión de energía de óxidos ternarios

Los resultados del análisis químico por EDS de los materiales óxidos ternarios de níquel-plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizados a las temperaturas de: 600, 700 y 800 °C se muestran en las Figuras 32, 33 y 34. En los espectros se observa la presencia de los elementos: Ni, Pb, O, y C, este último elemento es debido a la cinta de carbono utilizada para montar la muestra y ser analizada. Además en los espectros de las figuras 33 y 34 se observa la presencia de los elementos aluminio (Al), antimonio (Sb) y silicio (Si), que corresponden a la composición química del plomo metálico proveniente de los residuos sólidos urbanos, terminales de baterías (acumuladores) de automóviles utilizado como precursor.

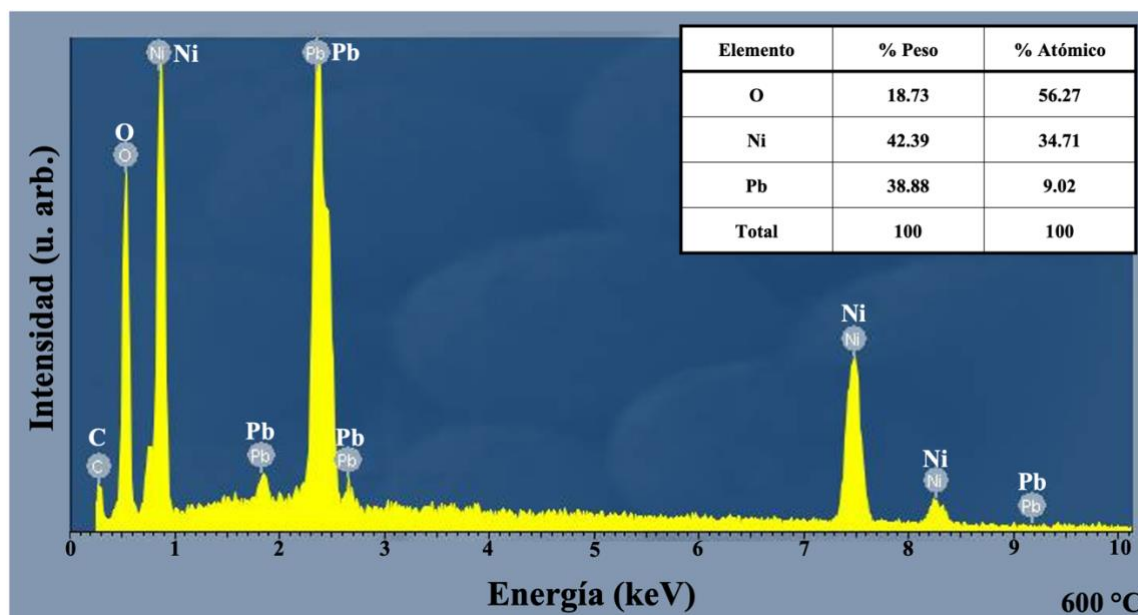
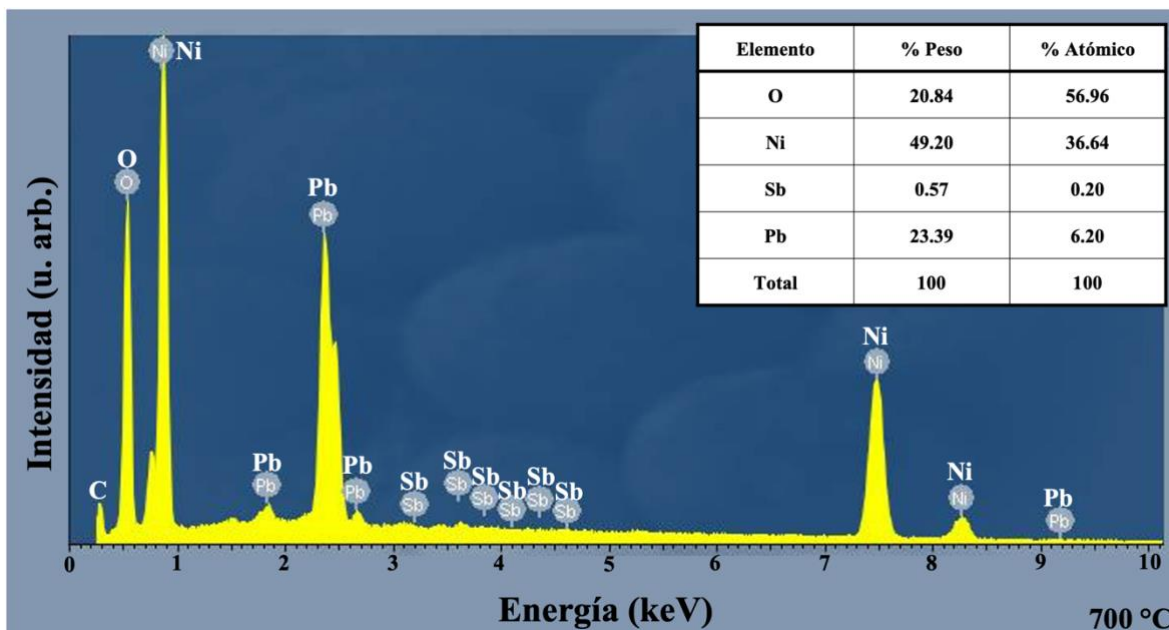


Figura 32. Espectro por EDS de óxido níquel plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 600 °C.

En la Figura 32 se muestra el espectro del análisis por EDS de la composición química del óxido ternario de níquel plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) a 600 °C. Se observan señales para los

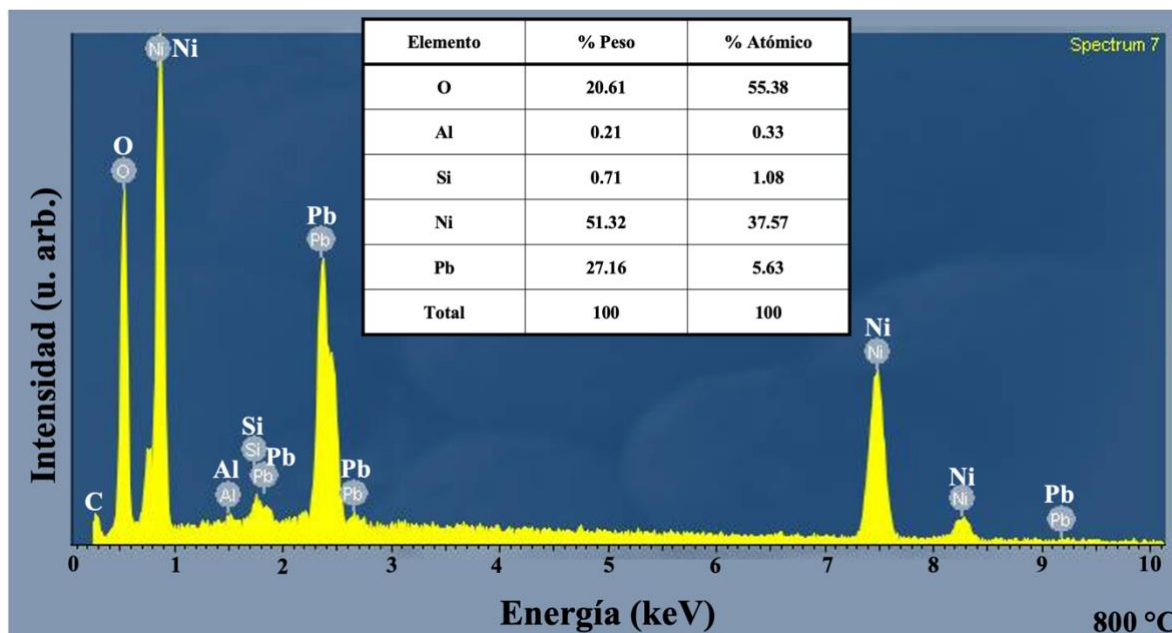
elementos: Pb, O, Ni, y C: las señales que son asignadas a plomo (Pb) en 1.85, 2.47, 2.7 y 9.2 keV, oxígeno (O) en 0.523 keV, níquel (Ni) en 0.85, 7.47, 8.26 keV y la señal a 0.27 keV carbono (C). En la Figura 33 se muestra el espectro del análisis por EDS de la composición química del óxido níquel plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) a 700 °C. Se observan señales para los elementos: Pb, O, Ni, Sb y C: las señales que son asignadas a plomo (Pb) en 1.85, 2.47, 2.7 y 9.2 keV, oxígeno (O) en 0.523 keV, níquel (Ni) en 0.85, 7.47, y 8.26 keV, antimonio (Sb) en 3.19, 3.60, 3.84, 4.13, 4.46, y 4.60 KeV y la señal a 0.27 keV correspondiente a carbono (C) pertenece a la cinta adhesiva utilizada para montar la muestra y realizar el análisis.



**Figura 33. Espectro por EDS de óxido níquel plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 700 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, níquel, y antimonio.**

En la Figura 34 se muestra el espectro del análisis por EDS de la composición química del óxido níquel plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) a 800 °C. Se observan señales para los elementos: Pb, O, Ni, Al, Si y C: las señales que son asignadas a plomo (Pb) en 1.85, 2.47, 2.7 y 9.2 keV,

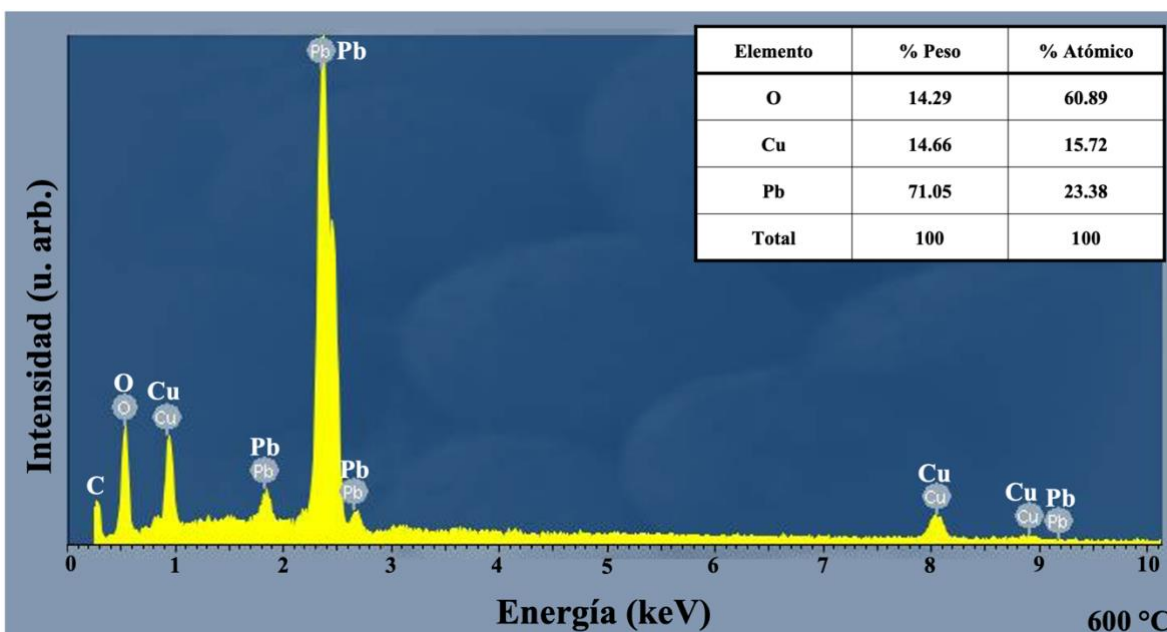
oxígeno (O) en 0.523 keV, níquel (Ni) en 0.85, 7.47, y 8.26 keV, aluminio (Al) en 1.48 keV, silicio (Si) 1.74 keV y la señal a 0.27 keV correspondiente a carbono (C) pertenece a la cinta adhesiva utilizada para montar la muestra y realizar el análisis.



**Figura 34. Espectro por EDS de óxido níquel plomo ( $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 800 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, níquel, aluminio, y silicio.**

En la Figura 35 se muestra el espectro del análisis por EDS de la composición química del óxido cobre plomo ( $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) a 600 °C. Se observan señales para los elementos: Pb, O, Cu, y C: las señales que son asignadas a plomo (Pb) en 1.85, 2.47, 2.7 y 9.2 keV, oxígeno (O) en 0.523 keV, cobre (Cu) en 0.93, 8.04, 8.90 keV y la señal a 0.27 keV correspondiente a carbono (C) pertenece a la cinta adhesiva utilizada para montar la muestra y realizar el análisis. En la Figura 36 se muestra el espectro del análisis por EDS de la composición química del óxido cobre plomo ( $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) a 700 °C. Se observan señales para los elementos:

Pb, O, Cu, Sb, Al y C: las señales que son asignadas a plomo (Pb) en 1.85, 2.47, 2.7 y 9.2 keV, oxígeno (O) en 0.523 keV, cobre (Cu) en 0.93, 8.04, 8.90 keV, antimonio (Sb) en 3.19, 3.60, 3.84, 4.13, 4.46, y 4.60 keV, aluminio (Al) en 1.48 keV y la señal a 0.27 keV de carbono. En la Figura 37 se muestra el espectro del análisis por EDS de la composición química del óxido cobre plomo ( $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) a 800 °C. Se observan señales para los elementos: Pb, O, Ni, Al, Si y C: las señales que son asignadas a plomo (Pb) en 1.85, 2.47, 2.7 y 9.2 keV, oxígeno (O) en 0.523 keV, cobre (Cu) en 0.93, 8.04, 8.90 keV, aluminio (Al) en 1.48 keV, silicio (Si) 1.74 keV y la señal a 0.27 keV de carbono (C).



**Figura 35. Espectro por EDS de óxido cobre plomo ( $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 600 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, y cobre.**

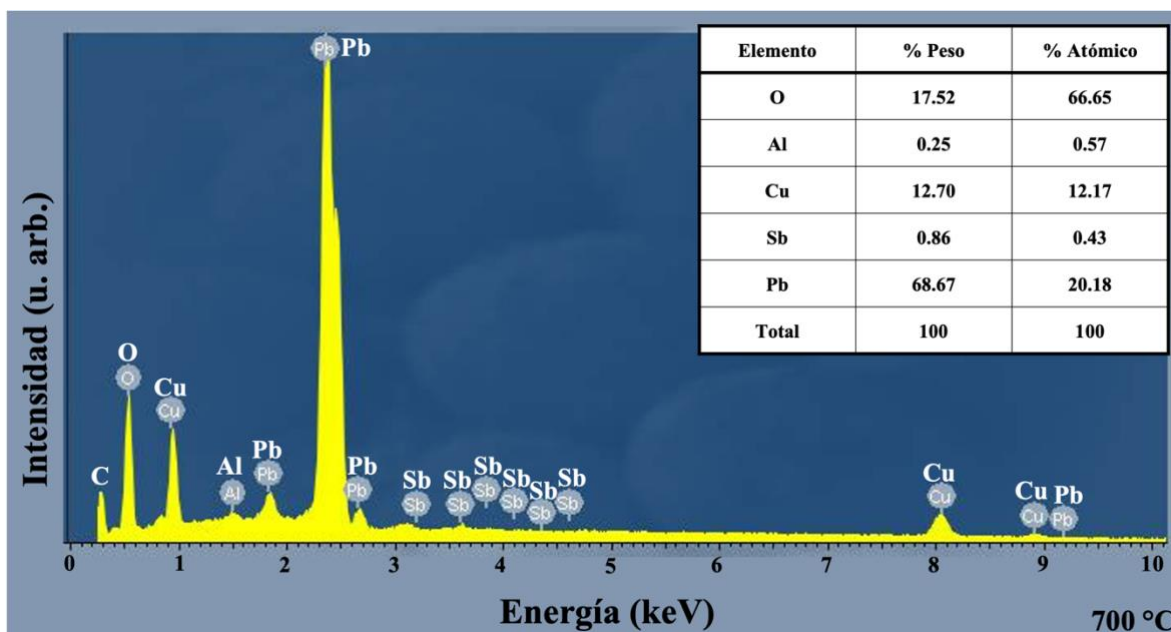


Figura 36. Espectro por EDS de óxido cobre plomo ( $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 700 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, cobre, antimonio, y aluminio.

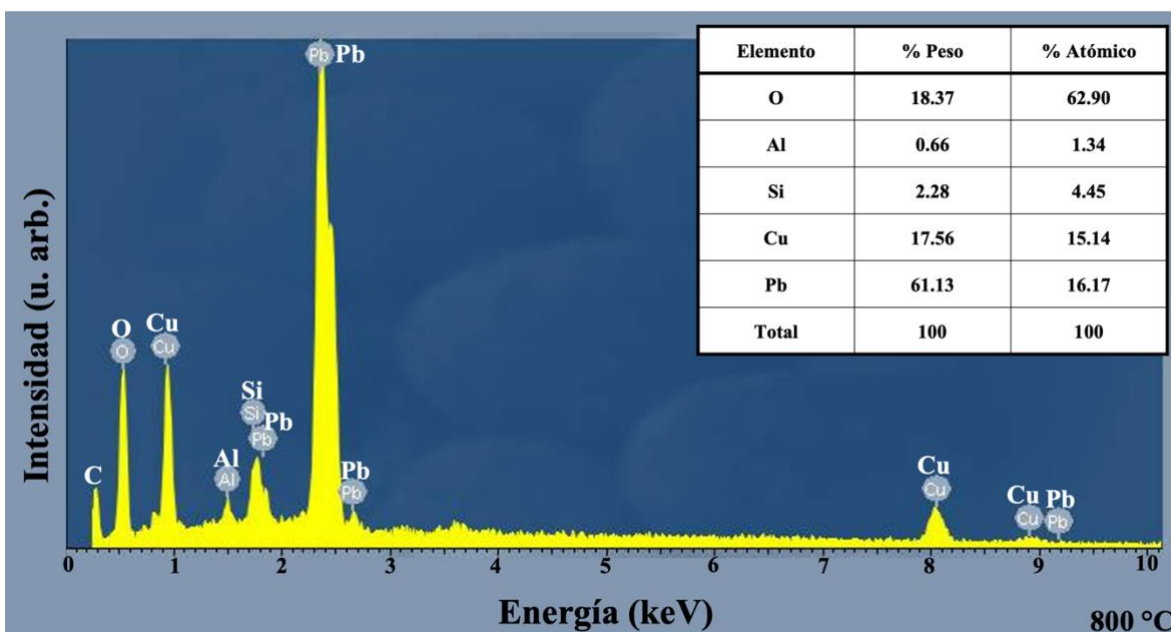
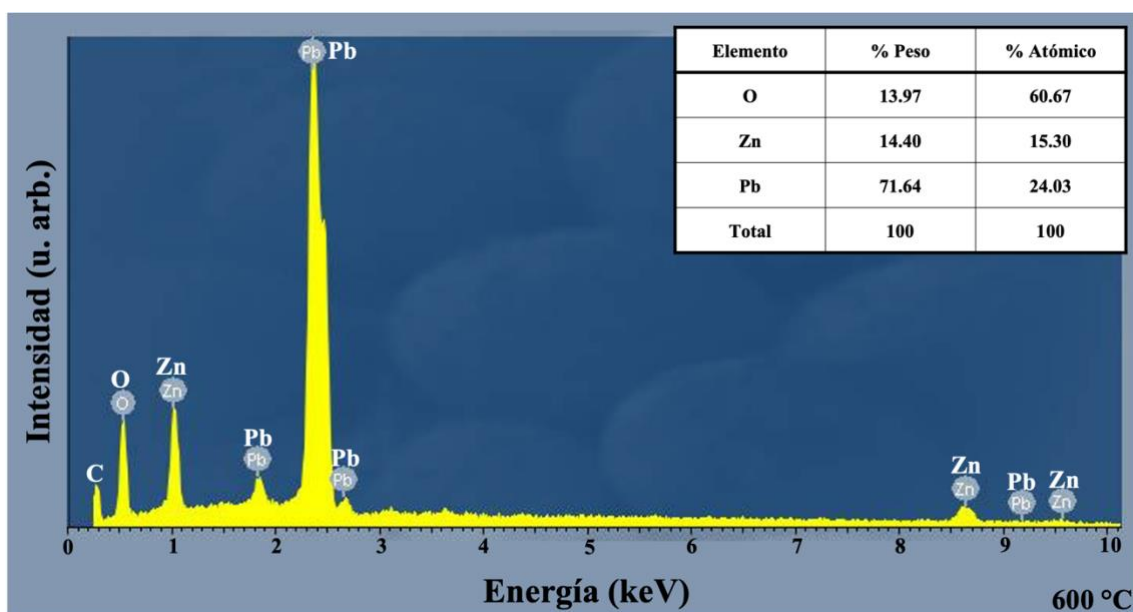


Figura 37. Espectro por EDS de óxido cobre plomo ( $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$ ) sintetizado a 800 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, cobre, aluminio, y silicio.

En la Figura 38 se muestra el espectro del análisis por EDS del material óxido zinc plomo ( $Zn_xPb_yO_z$ ) a 600 °C. Se observan señales para los elementos: Pb, O, Zn, y C: las señales que son asignadas a plomo (Pb) en 1.85, 2.47, 2.7 y 9.2 keV, oxígeno (O) en 0.523 keV, zinc (Zn) en 1.012, 8.63, 9.66 keV y la señal a 0.27 keV correspondiente a carbono (C) pertenece a la cinta adhesiva utilizada para montar la muestra y realizar el análisis. En la Figura 39, se muestra el espectro para el óxido zinc plomo ( $Zn_xPb_yO_z$ ) a 700 °C. Se observan señales para los elementos: Pb, O, Zn, Sb, Al y C: las señales que son asignadas a (Pb) en 1.85, 2.47, 2.7 y 9.2 keV, (O) en 0.523 keV, (Zn) en 1.012, 8.63, 9.66 keV, (Sb) en 3.19, 3.60, 3.84, 4.13, 4.46, y 4.60 KeV, (Al) en 1.48 KeV y la señal a 0.27 keV de (C). La Figura 40 se muestra el espectro del análisis por EDS de la composición química del óxido zinc plomo ( $Zn_xPb_yO_z$ ) a 800 °C. Se observan señales para los elementos: Pb, O, Zn, Al, Si y C: las señales que son asignadas a (Pb) en 1.85, 2.47, 2.7 y 9.2 keV, (O) en 0.523 keV, (Zn) en 1.012, 8.63, 9.66 keV, (Al) en 1.48 keV, (Si) 1.74 keV y la señal a 0.27 keV de (C).



**Figura 38.** Espectro por EDS de óxido zinc plomo ( $Zn_xPb_yO_z$ ) sintetizado a 600 °C.

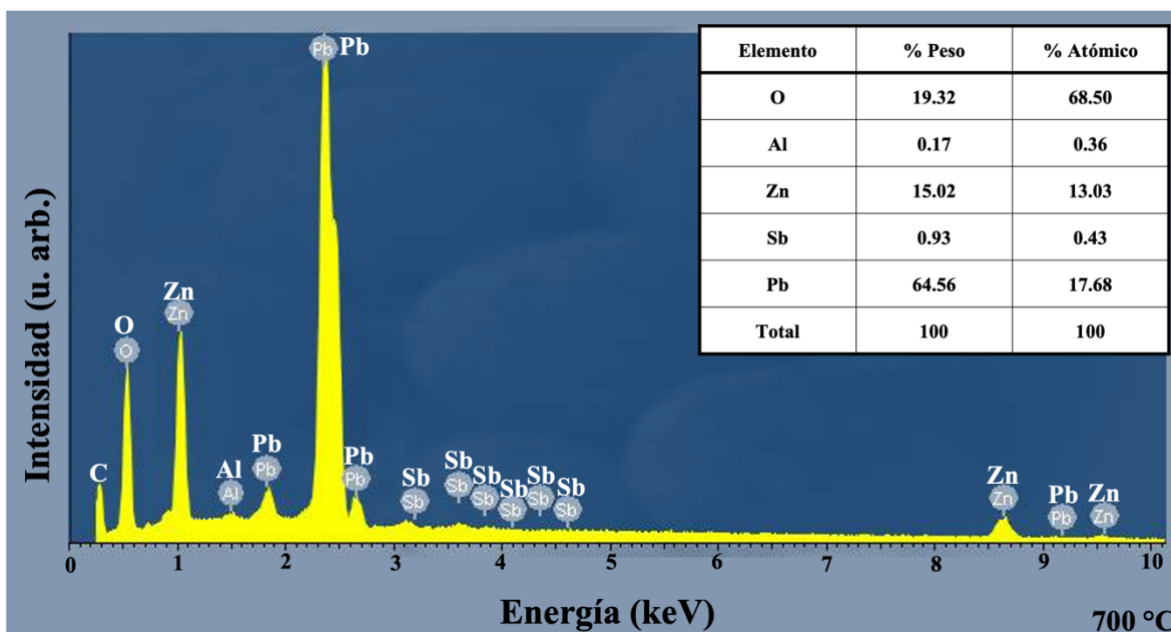


Figura 39. Espectro por EDS de óxido zinc plomo ( $Zn_xPb_yO_z$ ) sintetizado a 700 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, zinc, antimonio, y aluminio.

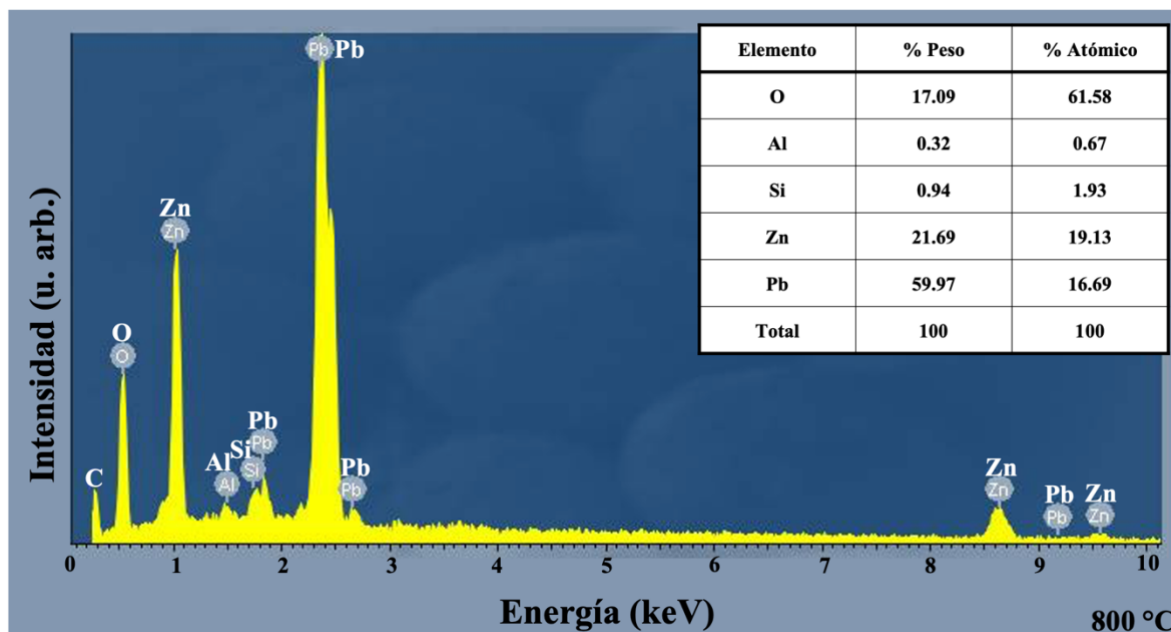


Figura 40. Espectro por EDS de óxido zinc plomo ( $Zn_xPb_yO_z$ ) sintetizado a 800 °C presentando señales correspondientes a plomo, oxígeno, zinc, aluminio, y silicio.

## Apéndice 6. Microscopía electrónica de barrido de óxidos ternarios

En la figura 41 de  $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  600 °C se observa la morfología superficial de un conjunto de partículas sin forma definida con un tamaño promedio de (TPP) de  $0.28 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 0.05 \mu\text{m}$  de largo por  $0.20 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 0.03 \mu\text{m}$  de ancho. La figura 42 correspondiente a  $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  700 °C se observa la morfología superficial y TPP sin forma definida de  $0.32 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 0.06 \mu\text{m}$  de largo por  $0.21 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 0.04 \mu\text{m}$  de ancho. La figura 43 correspondiente a  $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  800 °C se observa la morfología superficial y TPP sin forma definida de  $0.54 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 0.14 \mu\text{m}$  de largo por  $0.39 \mu\text{m}$   $\sigma \pm 0.08 \mu\text{m}$  de ancho. Los datos anteriores se determinaron a partir de un total de 50 mediciones de acuerdo con la sección III.7.

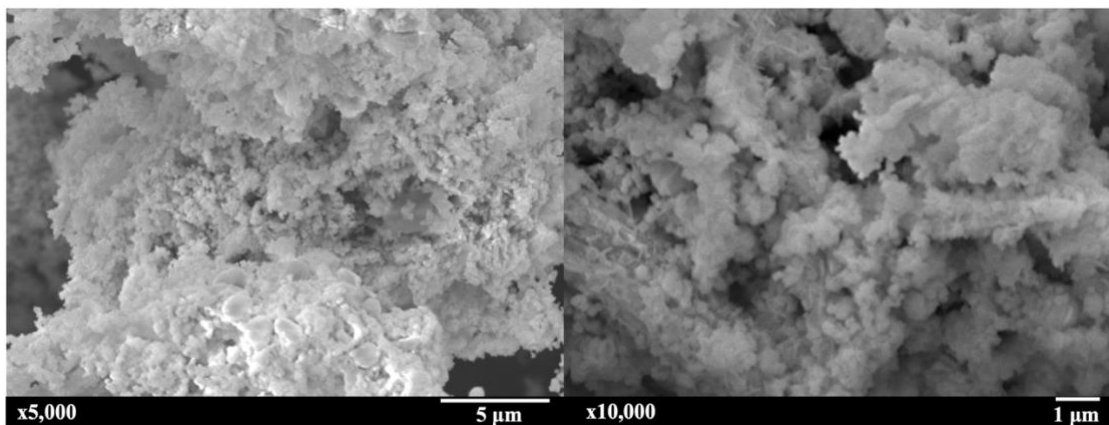


Figura 41. Micrografía por SEM de  $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  sintetizado a 600 °C.

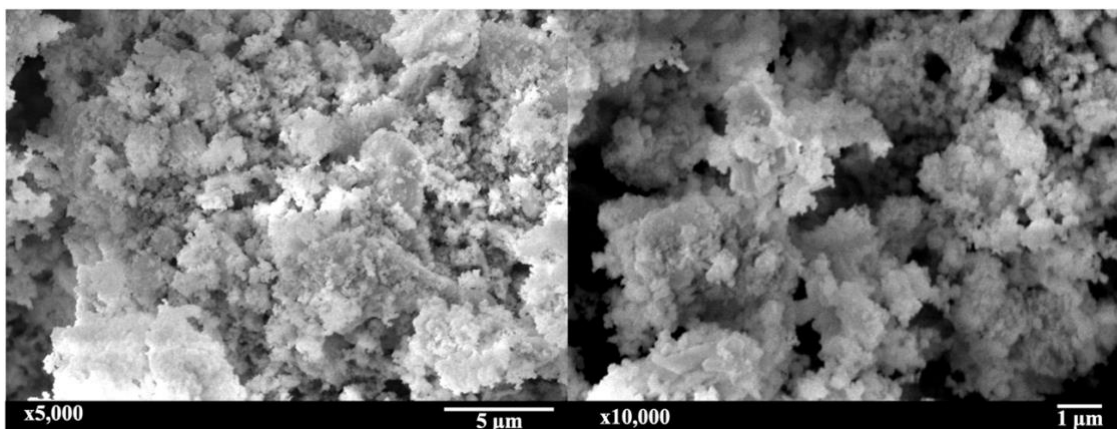
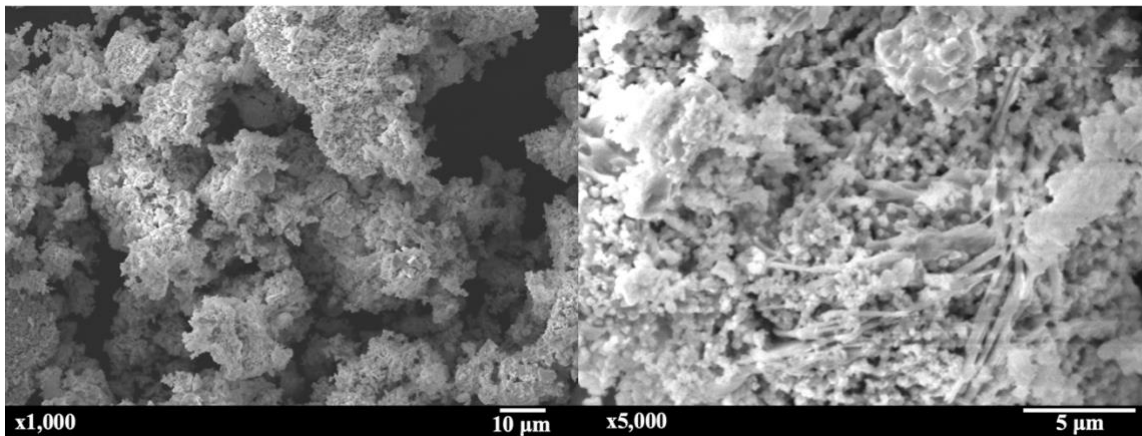
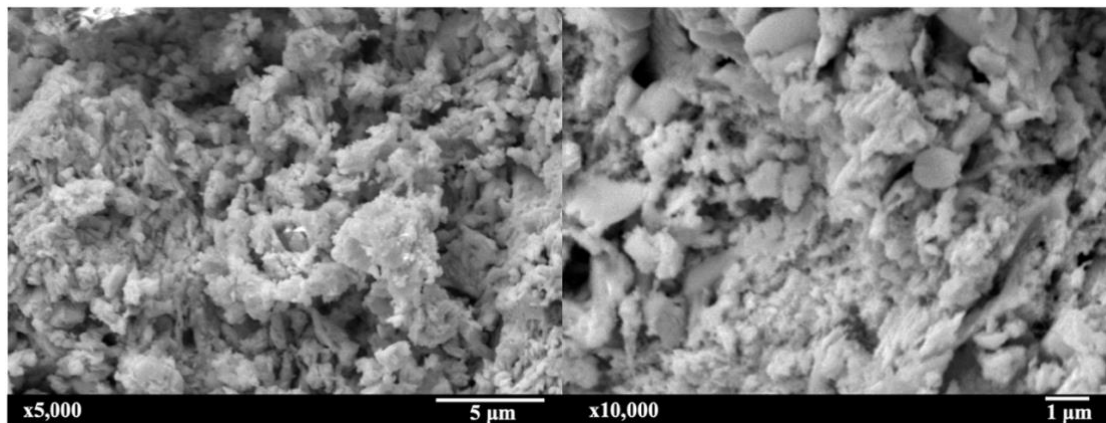


Figura 42. Micrografía por SEM de  $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  sintetizado a 700 °C.

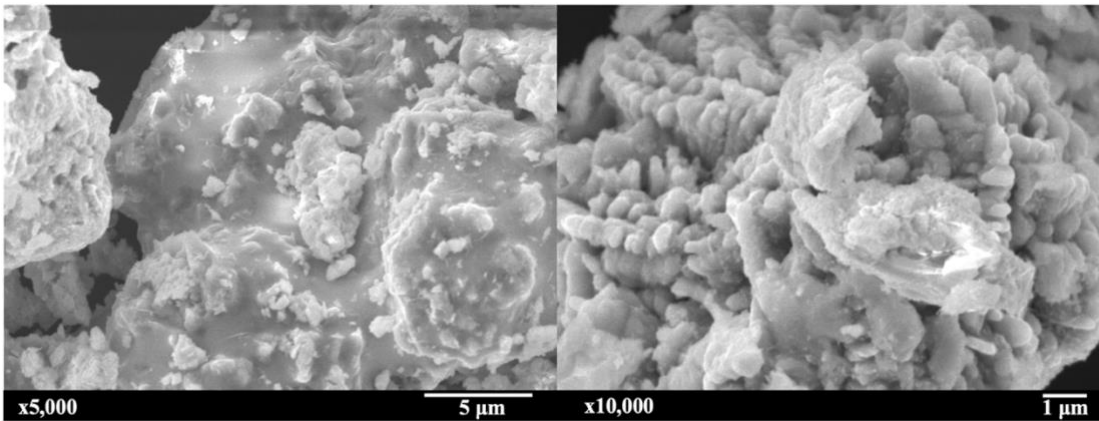


**Figura 43. Micrografía por SEM de  $\text{Ni}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  sintetizado a 800 °C.**

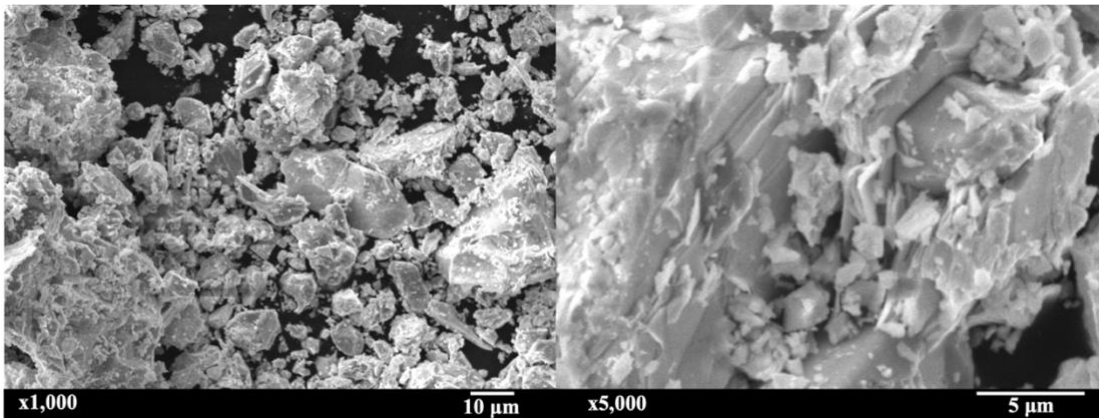
En las Figuras 44, 45 y 46 se presentan las micrografías por SEM de los materiales  $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  sintetizados de 600 a 800 °C, respectivamente. En la fig. 44 se observa la morfología superficial y TPP sin forma definida con superficie rugosa de  $0.59 \mu\text{m} \sigma \pm 0.20 \mu\text{m}$  de largo por  $0.38 \mu\text{m} \sigma \pm 0.10 \mu\text{m}$  de ancho. La fig. 45 a 700 °C se observa la morfología superficial y TPP sin forma definida con dispersas formas semiesféricas de  $0.49 \mu\text{m} \sigma \pm 0.12 \mu\text{m}$  de largo por  $0.33 \mu\text{m} \sigma \pm 0.09 \mu\text{m}$  de ancho. En la fig. 46 a 800 °C se observa la morfología superficial y TPP sin forma definida con superficie lisa de  $0.80 \mu\text{m} \sigma \pm 0.33 \mu\text{m}$  de largo por  $0.44 \mu\text{m} \sigma \pm 0.13 \mu\text{m}$  de ancho. Los datos se determinaron a partir de 50 mediciones (ver sec. III.7).



**Figura 44. Micrografía por SEM de  $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  sintetizado a 600 °C.**



**Figura 45. Micrografía por SEM de  $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  sintetizado a 700 °C.**



**Figura 46. Micrografía por SEM de  $\text{Cu}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  sintetizado a 800 °C.**

En las Figuras 47, 48, y 49 se presentan las micrografías determinadas por SEM de los materiales  $\text{Zn}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  sintetizados de 600, 700 y 800 °C, respectivamente. En la figura 47 se observa la morfología superficial de partícula con superficie plana y rugosa sin forma definida con un tamaño promedio de partícula (TPP) de  $0.70 \mu\text{m} \sigma \pm 0.22 \mu\text{m}$  de largo por  $0.45 \mu\text{m} \sigma \pm 0.11 \mu\text{m}$  de ancho. La figura 48 ( $\text{Zn}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  700 °C) se observa la morfología superficial y el tamaño promedio de partícula con superficie plana y formas dispersas de aguja de  $0.67 \mu\text{m} \sigma \pm 0.28 \mu\text{m}$  de largo por  $0.41 \mu\text{m} \sigma \pm 0.15 \mu\text{m}$  de ancho. Finalmente en la figura 49 ( $\text{Zn}_x\text{Pb}_y\text{O}_z$  800 °C) se observa la morfología superficial y el tamaño promedio de partícula sin forma definida con superficie plana y brillante de  $3.92 \mu\text{m} \sigma \pm 1.74 \mu\text{m}$  de largo por  $2.29 \mu\text{m} \sigma \pm 0.86 \mu\text{m}$  de ancho. Los datos anteriores se determinaron a partir de 50 mediciones de acuerdo con la sección III.7.

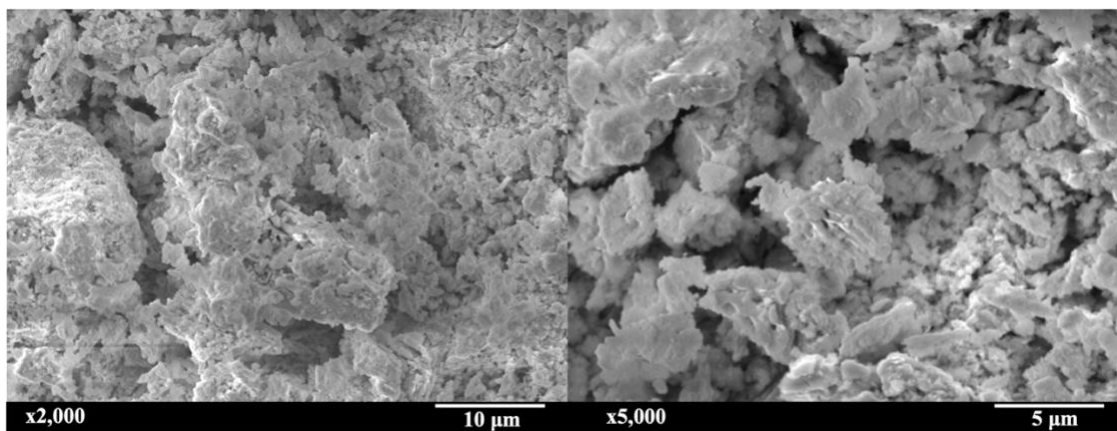


Figura 47. Micrografía por SEM de  $Zn_xPb_yO_z$  sintetizado a 600 °C.

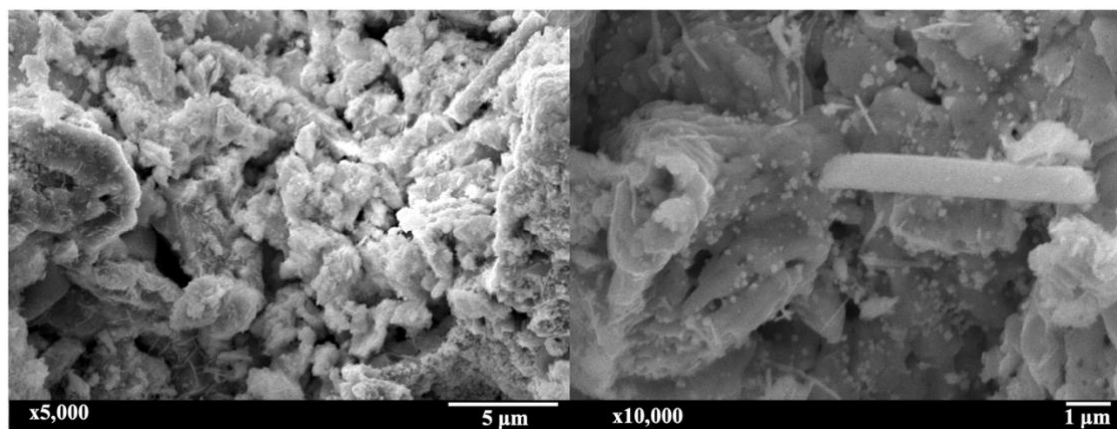


Figura 48. Micrografía por SEM de  $Zn_xPb_yO_z$  sintetizado a 700 °C.

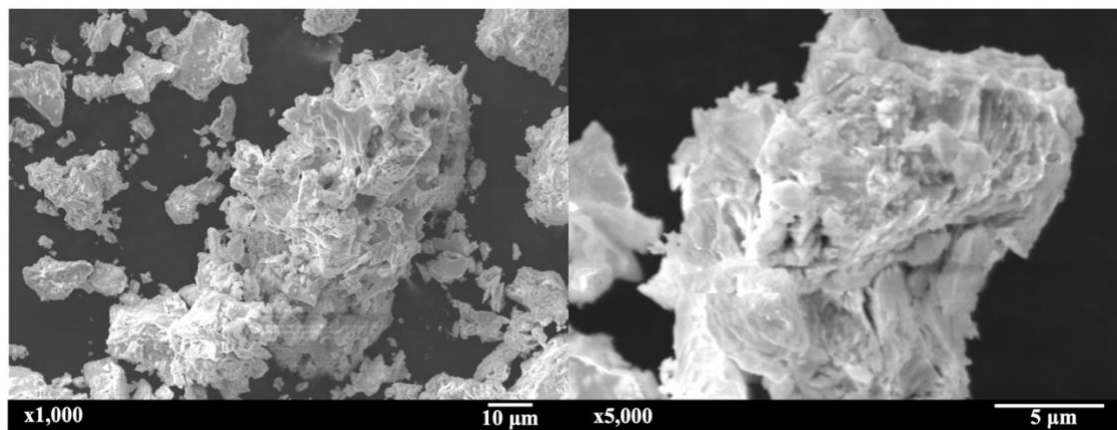


Figura 49. Micrografía por SEM de  $Zn_xPb_yO_z$  sintetizado a 800 °C.

## Apéndice 7. Análisis de Scherrer

En 1918 el físico Paul Hermann Scherrer determinó que La anchura de la línea del pico de difracción varía inversamente con el tamaño de cristalito de la muestra, pequeños cristalitos producen la ampliación del pico, mientras que grandes cristales con orientación preferida produce picos de difracción que son realmente líneas verticales, según la ecuación:

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \quad \text{Ec. (2)}$$

El tamaño de cristal nos proporciona información como: a mayor tamaño de cristal, menor conductividad eléctrica, pues mayor cantidad de borde de cristal impide el movimiento de los electrones. Así como a menor tamaño de cristal, mayor resistencia mecánica, pues las dislocaciones tendrán menor movilidad al estar impedido su movimiento. En la Ec. (2) se muestra la ecuación de Scherrer donde:  $D$  es el tamaño del cristal en la dirección evaluada,  $k$  es una constante que depende de la forma del cristal, en el caso de partículas esféricas se considera  $k = 0.9$ ,  $\lambda$  es la longitud de onda de la radiación de rayos-X y  $\beta$  es el ancho que presenta la reflexión a la mitad de la altura, (FWHM, por sus siglas en inglés). Sin embargo, es importante tener en cuenta que la ecuación de Scherrer solo se puede aplicar para tamaños promedio de cristales de 100 hasta 200 nm debido a que el ensanchamiento del pico de difracción disminuye con el aumento del tamaño del cristal, haciéndose difícil separar el ensanchamiento del pico causado por el tamaño del cristal de otros factores que ensanchen el pico [86].

## Apéndice 8. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 44-1159 para NiO

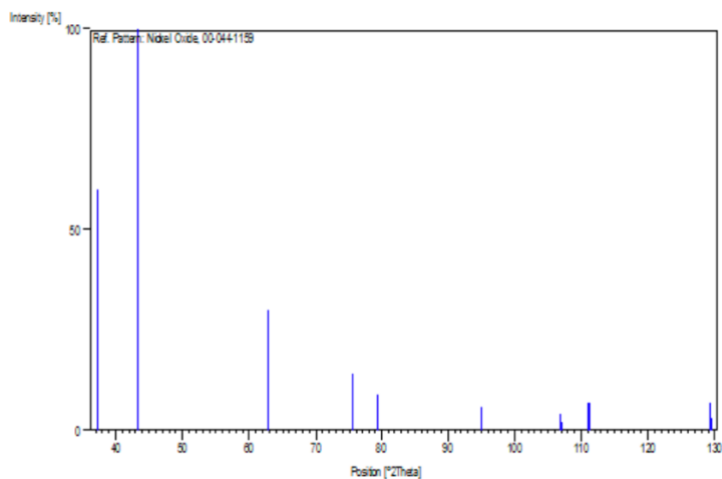
### Name and formula

Reference code: 00-044-1159  
 PDF index name: Nickel Oxide  
 Empirical formula: NiO  
 Chemical formula: NiO

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	1	2.41197	37.249	60.0
2	0	1	2	2.08849	43.287	100.0
3	1	1	0	1.47733	62.854	30.0
4	1	0	4	1.47607	62.914	25.0
5	1	1	3	1.25955	75.406	14.0
6	2	0	2	1.20624	79.374	9.0
7	0	0	6	1.20460	79.504	4.0
8	0	2	4	1.04433	95.055	6.0
9	2	1	1	0.95882	106.909	4.0
10	2	0	5	0.95817	107.013	2.0
11	1	0	7	0.95761	107.104	2.0
12	1	2	2	0.93437	111.057	7.0
13	1	1	6	0.93363	111.188	7.0
14	2	1	4	0.85282	129.174	7.0
15	0	1	8	0.85187	129.443	3.0

### Stick Pattern



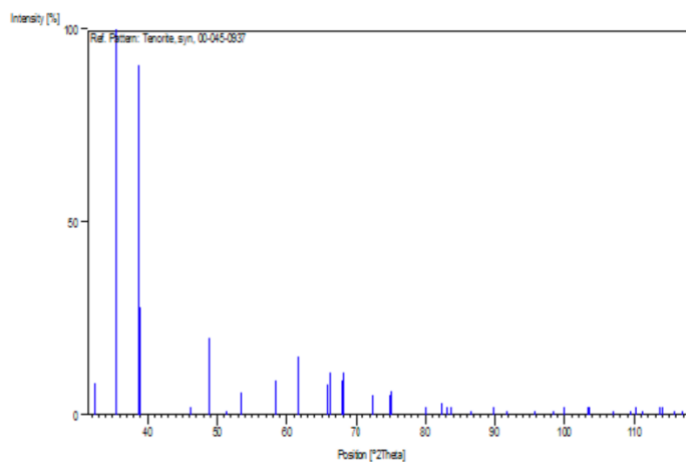
## Apéndice 9. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 45-0937 para CuO

### Name and formula

Reference code: 00-045-0937  
 Mineral name: Tenorite, syn  
 PDF index name: Copper Oxide  
 Empirical formula: CuO  
 Chemical formula: CuO

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	-1	1	0	2.75300	32.497	8.0
2	0	0	2	2.52700	35.496	100.0
3	1	1	1	2.32300	38.731	91.0
4	2	0	0	2.31000	38.958	28.0
5	-1	1	2	1.96140	46.249	2.0
6	-2	0	2	1.86730	48.727	20.0
7	1	1	2	1.77690	51.381	1.0
8	0	2	0	1.71280	53.453	6.0
9	2	0	2	1.58050	58.337	9.0
10	-1	1	3	1.50580	61.535	15.0
11	0	2	2	1.41840	65.787	8.0
12	-3	1	1	1.40960	66.250	11.0
13	1	1	3	1.37850	67.945	9.0
14	-2	2	0	1.37590	68.091	11.0
15	3	1	1	1.30380	72.429	5.0
16	0	0	4	1.26490	75.032	5.0
17	-2	2	2	1.26210	75.227	6.0
18	-2	0	4	1.19610	80.183	2.0
19	-3	1	3	1.16970	82.378	3.0
20	2	2	2	1.16130	83.105	2.0
21	4	0	0	1.15510	83.652	2.0



## Apéndice 10. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 36-1451 para ZnO

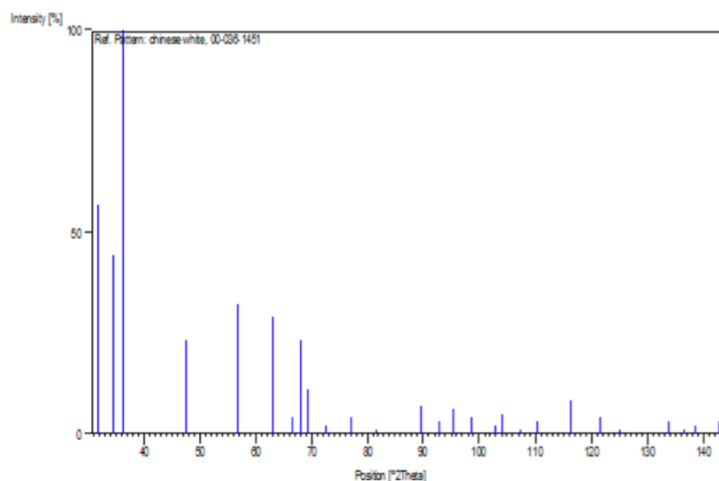
### Name and formula

Reference code: 00-036-1451  
 Mineral name: Zincite, syn  
 Common name: chinese white  
 PDF index name: Zinc Oxide  
 Empirical formula: OZn  
 Chemical formula: ZnO

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	2.81430	31.770	57.0
2	0	0	2	2.60332	34.422	44.0
3	1	0	1	2.47592	36.253	100.0
4	1	0	2	1.91114	47.539	23.0
5	1	1	0	1.62472	56.603	32.0
6	1	0	3	1.47712	62.864	29.0
7	2	0	0	1.40715	66.380	4.0
8	1	1	2	1.37818	67.963	23.0
9	2	0	1	1.35825	69.100	11.0
10	0	0	4	1.30174	72.562	2.0
11	2	0	2	1.23801	76.955	4.0
12	1	0	4	1.18162	81.370	1.0
13	2	0	3	1.09312	89.607	7.0
14	2	1	0	1.06384	92.784	3.0
15	2	1	1	1.04226	95.304	6.0
16	1	1	4	1.01595	98.613	4.0
17	2	1	2	0.98464	102.946	2.0
18	1	0	5	0.97663	104.134	5.0
19	2	0	4	0.95561	107.430	1.0
20	3	0	0	0.93812	110.392	3.0
21	2	1	3	0.90694	116.279	8.0
22	3	0	2	0.88256	121.572	4.0
23	0	0	6	0.86768	125.188	1.0
24	2	0	5	0.83703	133.932	3.0
25	1	0	6	0.82928	136.521	1.0
26	2	1	4	0.82370	138.513	2.0
27	2	2	0	0.81247	142.918	3.0

### Stick Pattern



## Apéndice 11. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 36-1462 para $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

### Name and formula

Reference code: 00-036-1462

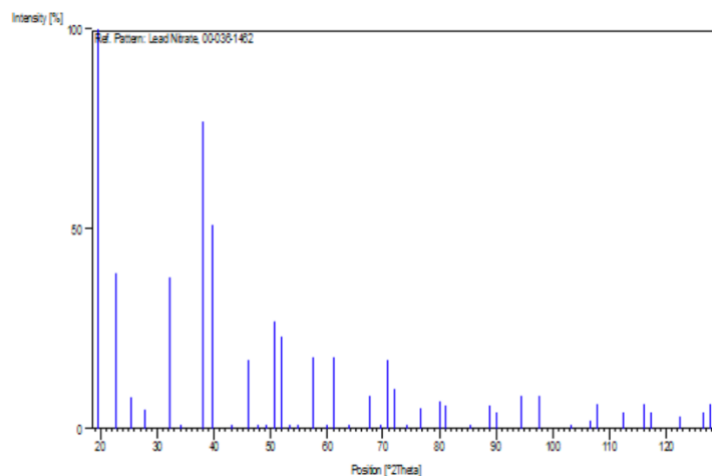
PDF index name: Lead Nitrate

Empirical formula:  $\text{N}_2\text{O}_6\text{Pb}$

Chemical formula:  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	4.53384	19.564	100.0
2	2	0	0	3.92809	22.618	39.0
3	2	1	0	3.51320	25.331	8.0
4	2	1	1	3.20812	27.786	5.0
5	2	2	0	2.77712	32.207	38.0
6	2	2	1	2.61822	34.220	1.0
7	3	1	1	2.36944	37.943	77.0
8	2	2	2	2.26864	39.698	51.0
9	3	2	1	2.09897	43.060	1.0
10	4	0	0	1.96501	46.159	17.0
11	4	1	0	1.90619	47.670	1.0
12	4	1	1	1.85216	49.151	1.0
13	3	3	1	1.80300	50.584	27.0
14	4	2	0	1.75725	51.998	23.0
15	4	2	1	1.71491	53.382	1.0
16	3	3	2	1.67525	54.750	1.0
17	4	2	2	1.60415	57.396	18.0
18	4	3	1	1.54176	59.950	1.0
19	5	1	1	1.51232	61.241	18.0
20	2	5	0	1.45914	63.729	1.0
21	4	4	0	1.38939	67.341	8.0
22	4	3	3	1.34802	69.700	1.0
23	5	3	1	1.32831	70.888	17.0
24	6	0	0	1.30976	72.048	10.0
25	6	1	1	1.27495	74.340	1.0
26	6	2	0	1.24272	76.610	5.0
27	5	3	3	1.19850	79.990	7.0
28	6	2	2	1.18487	81.100	6.0



## Apéndice 12. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 05-0561 para $\alpha$ -PbO

### Name and formula

Reference code:	00-005-0561
Mineral name:	Litharge, syn
PDF index name:	Lead Oxide
Empirical formula:	OPb
Chemical formula:	PbO

### Crystallographic parameters

Crystal system:	Tetragonal
Space group:	P4/nmm
Space group number:	129
a (Å):	3.9729
b (Å):	3.9729
c (Å):	5.0217
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	9.35
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	79.26
Z:	2.00
RIR:	-

### Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic Mineral Alloy, metal or intermetallic Corrosion Common Phase Educational pattern Forensic NBS pattern Superconducting Material
-----------	--

Quality: Indexed (I)

### Comments

Color: Violet-red  
 General comments: Crystal system refined in 1975.  
 Polymorph: massicot (tetragonal).  
 Sample source: Sample from National Lead Company.  
 Analysis: Spectroscopic analysis: <0.01% Bi, Cu, Fe, Si; <0.001% Ca, Mg.  
 Optical data: B=2.665, Q=2.535  
 Additional pattern: Validated by calculated pattern.  
 See ICSD 62842 (PDF 85-1289); See ICSD 26596 (PDF 85-711); See ICSD 62840 (PDF 85-1287);  
 See ICSD 62841 (PDF 85-1288); See ICSD 62842 (PDF 85-1289); See ICSD 62843 (PDF 85-1290).  
 Temperature: Pattern taken at 27 C.

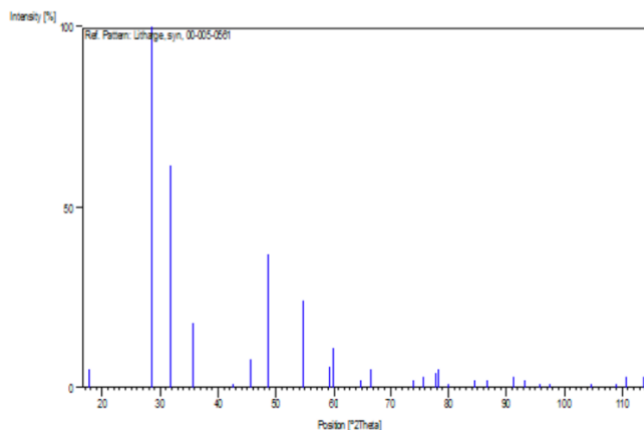
### References

Primary reference: Swanson, Fuyat., *Natl. Bur. Stand. (U.S.) Circ. 539 II*, 30, (1953)

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta(deg)	I (%)
1	0	0	1	5.01800	17.660	5.0
2	1	0	1	3.11500	28.634	100.0
3	1	1	0	2.80900	31.832	62.0
4	0	0	2	2.51000	35.744	18.0
5	1	0	2	2.12400	42.528	1.0
6	2	0	0	1.98800	45.595	8.0
7	1	1	2	1.87200	48.596	37.0
8	2	1	1	1.67500	54.759	24.0
9	2	0	2	1.55800	59.262	6.0
10	1	0	3	1.54200	59.940	11.0
11	1	1	3	1.43800	64.779	2.0
12	2	2	0	1.40500	66.495	5.0
13	3	0	1	1.28200	73.863	2.0
14	3	1	0	1.25600	75.656	3.0
15	2	2	2	1.22600	77.850	4.0
16	3	1	1	1.21900	78.383	5.0
17	1	0	4	1.19770	80.054	1.0
18	1	1	4	1.14620	84.450	2.0
19	3	1	2	1.12320	86.598	2.0
20	3	2	1	1.07680	91.345	3.0
21	2	0	4	1.06100	93.106	2.0
22	3	0	3	1.03860	95.748	1.0
23	2	1	4	1.02540	97.392	1.0
24	1	0	5	0.97380	104.563	1.0
25	4	1	1	0.94620	108.997	1.0
26	3	3	0	0.93650	110.678	3.0
27	3	2	3	0.92000	113.709	3.0

### Stick Pattern



### Apéndice 13. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 88-1589 para $\beta$ -PbO

#### Name and formula

Reference code:	01-088-1589
Mineral name:	Massicot, syn
ICSD name:	Lead Oxide
Empirical formula:	OPb
Chemical formula:	PbO

#### Crystallographic parameters

Crystal system:	Orthorhombic
Space group:	Pbcm
Space group number:	57
a (Å):	5.8952
b (Å):	5.4930
c (Å):	4.7544
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	9.63
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	153.96
Z:	4.00
RIR:	19.41

#### Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic Mineral Alloy, metal or intermetallic Corrosion ICSD Pattern
Quality:	Calculated (C)

#### Comments

Additional pattern: See 72-0093.  
See ICSD 77-1971.  
ICSD collection code: 040180

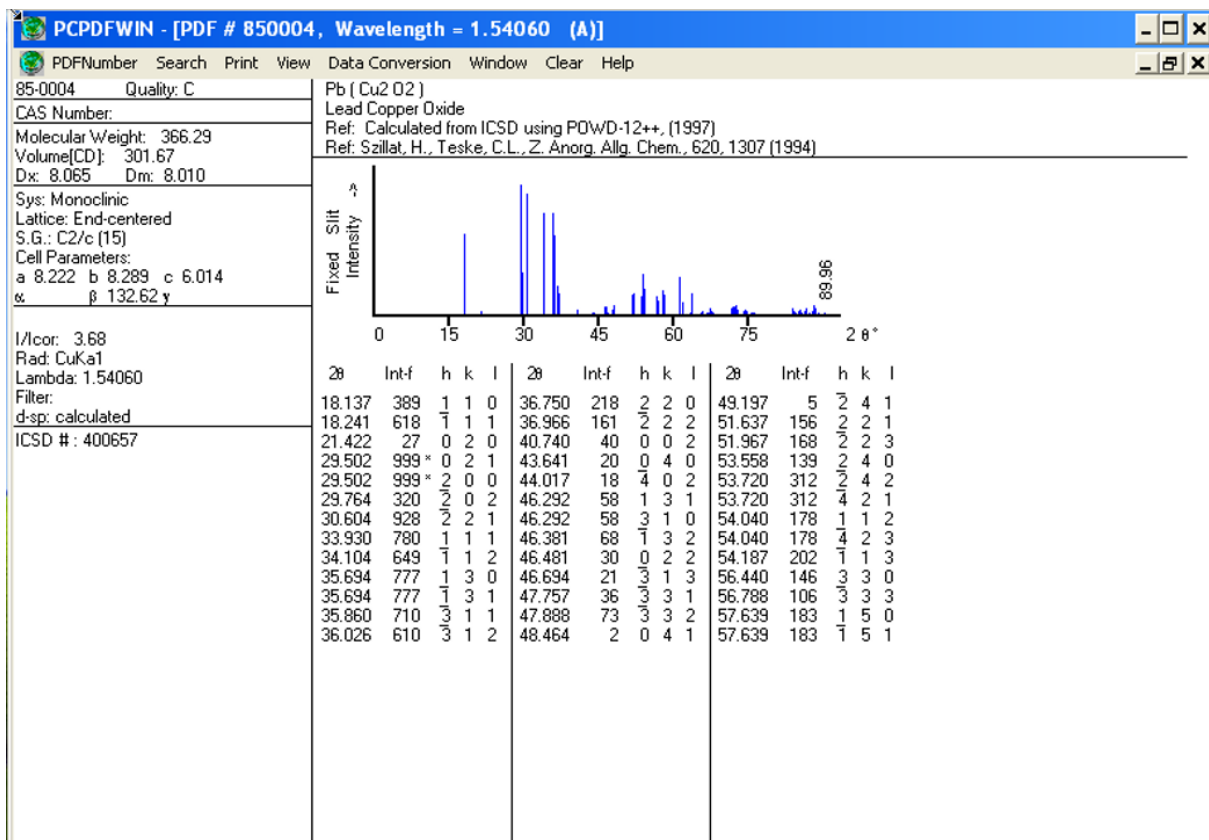
### References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*  
Structure: Garnier, P., Moreau, J., Gevart, J.R., *Mater. Res. Bull.*, **25**, 979, (1990)

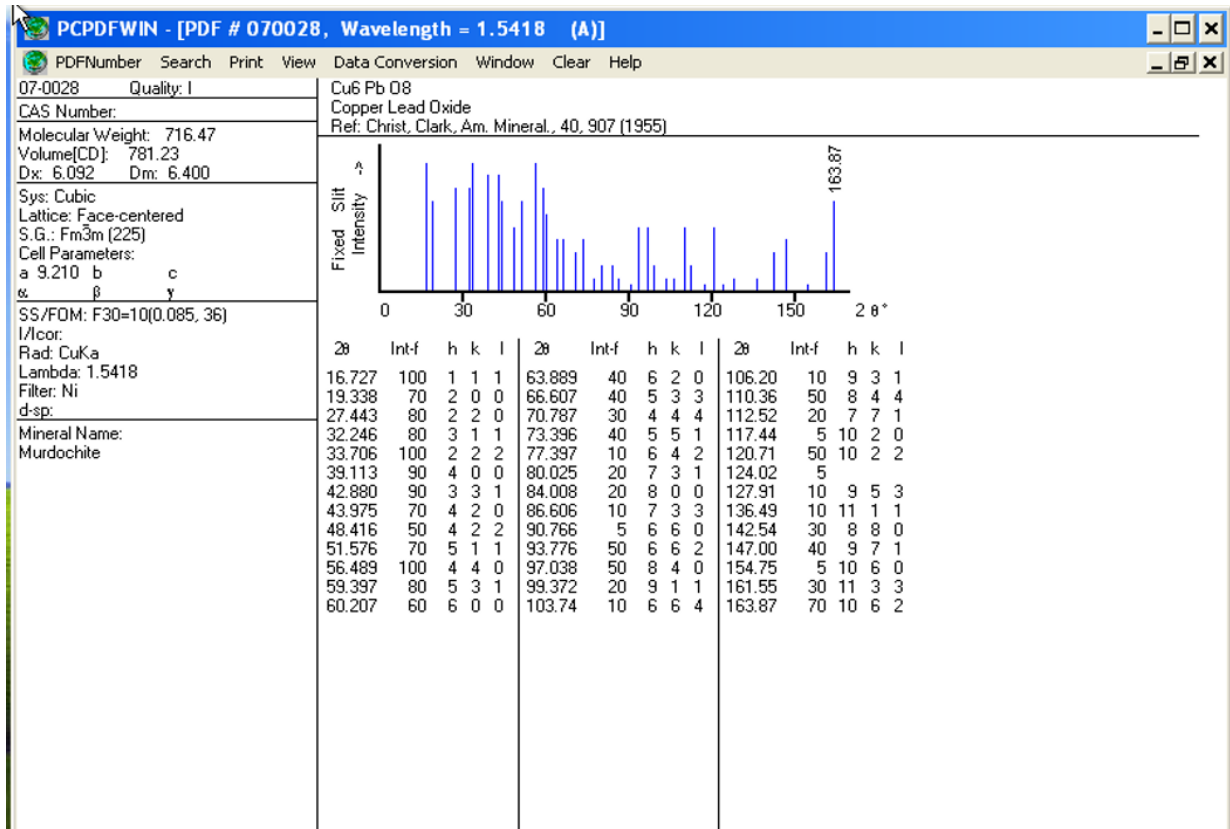
### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	0	0	5.89520	15.016	6.7
2	1	1	0	4.01881	22.101	1.5
3	1	1	1	3.06922	29.071	100.0
4	2	0	0	2.94760	30.298	24.5
5	0	2	0	2.74650	32.576	21.6
6	2	1	0	2.59728	34.505	0.2
7	1	2	0	2.48957	36.047	0.7
8	0	2	1	2.37720	37.814	15.4
9	2	1	1	2.27934	39.504	1.7
10	1	2	1	2.20470	40.900	0.8
11	1	1	2	2.04605	44.232	0.4
12	2	2	0	2.00940	45.082	13.5
13	3	0	0	1.96507	46.158	1.4
14	2	0	2	1.85041	49.201	10.7
15	0	2	2	1.79743	50.752	10.1
16	2	1	2	1.75359	52.115	0.1
17	1	3	0	1.74860	52.275	0.7
18	3	1	1	1.72427	53.069	15.2
19	1	2	2	1.71929	53.235	8.5
20	1	3	1	1.64112	55.987	13.1
21	3	2	0	1.59814	57.632	1.0
22	2	3	0	1.55535	59.374	0.1
23	2	2	2	1.53461	60.258	9.5
24	3	2	1	1.51459	61.139	1.0
25	2	3	1	1.47826	62.810	1.0
26	1	1	3	1.47431	62.998	9.3
27	3	1	2	1.46010	63.682	0.1
28	4	1	0	1.42345	65.524	0.1
29	1	3	2	1.40858	66.304	0.5
30	0	4	0	1.37325	68.241	1.4
31	4	1	1	1.36365	68.788	1.5
32	2	1	3	1.35284	69.416	0.3
33	3	3	0	1.33960	70.202	0.1
34	1	4	0	1.33744	70.333	0.1
35	3	2	2	1.32629	71.013	0.9
36	0	4	1	1.31932	71.445	0.2
37	4	2	0	1.29864	72.763	1.8
38	3	3	1	1.28940	73.369	3.9
39	4	2	1	1.25260	75.898	1.5
40	2	4	0	1.24479	76.460	1.8
41	4	1	2	1.22125	78.211	0.1
42	2	4	1	1.20363	79.581	3.4
43	0	4	2	1.18910	80.752	2.1
44	5	0	0	1.17904	81.586	0.3
45	1	3	3	1.17427	81.988	3.1
46	3	3	2	1.16706	82.605	0.1
47	1	4	2	1.16515	82.770	0.1
48	5	1	0	1.15278	83.858	0.1
49	4	3	0	1.14809	84.279	0.1
50	1	1	4	1.13967	85.048	2.0
51	3	4	0	1.12563	86.366	0.2
52	5	1	1	1.12032	86.876	1.8
53	4	3	1	1.11601	87.296	0.7
54	2	3	3	1.11006	87.883	0.2
55	2	4	2	1.10275	88.618	2.9
56	3	4	1	1.09535	89.376	0.1
57	0	2	4	1.09083	89.847	1.2

### Apéndice 14. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 040-0657 para $\text{Cu}_2\text{PbO}_2$



Apéndice 15. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 07-0028 para  $\text{Cu}_6\text{PbO}_8$



## Apéndice 16. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 23-1497 para $Zn_xPb_{1-x}O$

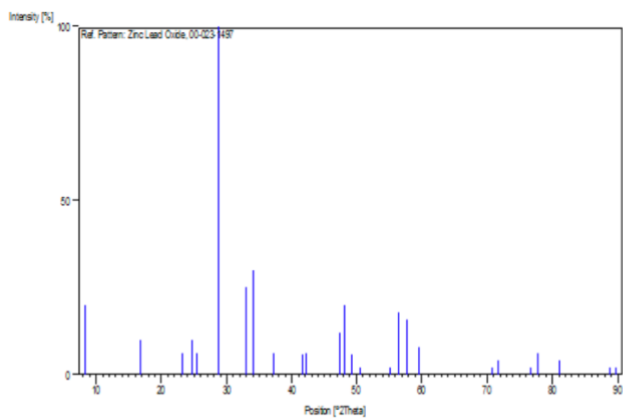
### Name and formula

Reference code: 00-023-1497  
 PDF index name: Zinc Lead Oxide  
 Chemical formula:  $Zn_xPb_{1-x}O$

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	1	10.50000	8.414	20.0
2	0	0	2	5.27000	16.810	10.0
3	1	0	0	3.84000	23.144	6.0
4	1	0	1	3.61000	24.641	10.0
5	0	0	3	3.51000	25.354	6.0
6	1	0	2	3.10000	28.776	100.0
7	1	1	0	2.71200	33.002	25.0
8	0	0	4	2.63300	34.022	30.0
9	1	1	2	2.41200	37.249	6.0
10	1	0	4	2.17100	41.564	6.0
11	1	1	3	2.14700	42.051	6.0
12	2	0	0	1.91600	47.411	12.0
13	1	1	4	1.88800	48.158	20.0
14	1	0	5	1.84800	49.269	6.0
15	2	0	2	1.80300	50.584	2.0
16	1	1	5	1.66500	55.116	2.0
17	2	1	2	1.63000	56.403	18.0
18	1	0	6	1.59500	57.756	16.0
19	2	0	4	1.55000	59.599	8.0
20	2	1	5	1.33000	70.785	2.0
21	0	0	8	1.31600	71.653	4.0
22	3	0	2	1.24200	76.663	2.0
23	2	1	6	1.22600	77.850	6.0
24	1	1	8	1.18400	81.172	4.0
25	3	1	4	1.10100	88.796	2.0
26	3	0	5	1.09200	89.724	2.0

### Stick Pattern



## Apéndice 17. Tarjeta cristalográfica JCPDS No. 23-1496 para $Zn_2PbO_4$

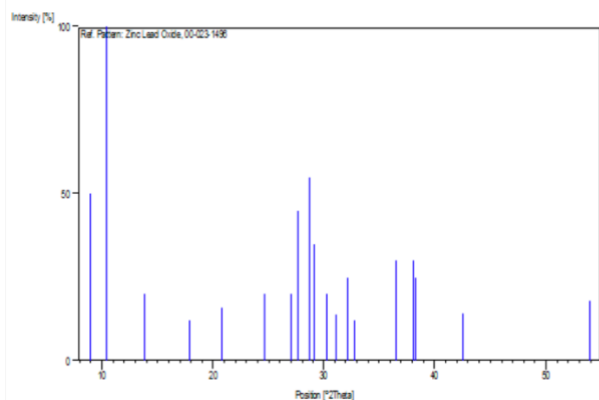
### Name and formula

Reference code: 00-023-1496  
 PDF index name: Zinc Lead Oxide  
 Empirical formula:  $O_4PbZn_2$   
 Chemical formula:  $Zn_2PbO_4$

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	1	0	9.90000	8.925	50.0
2	1	0	0	8.51000	10.387	100.0
3	1	1	0	6.39000	13.847	20.0
4	0	2	0	4.95000	17.905	12.0
5	1	2	0	4.27000	20.786	16.0
6	0	0	2	3.62000	24.572	20.0
7	0	3	0	3.30000	26.998	20.0
8	2	2	0	3.23000	27.594	45.0
9	1	3	0	3.11000	28.681	55.0
10				3.06000	29.160	35.0
11	2	2	1	2.95000	30.273	20.0
12	3	0	0	2.87000	31.138	14.0
13	1	2	2	2.78000	32.173	25.0
14	3	1	0	2.73000	32.778	12.0
15	3	2	0	2.45500	36.573	30.0
16	1	4	0	2.36200	38.067	30.0
17	0	1	3	2.34900	38.286	25.0
18	4	0	0	2.12200	42.570	14.0
19	5	0	0	1.69900	53.922	18.0

### Stick Pattern



Apéndice 18. Tarjeta cristalográfica JCPDS No.19-0697 para  $\text{Pb}_{12}\text{O}_{19}$

