

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA

DE MÉXICO

ESCUELA NACIONAL DE ESTUDIOS SUPERIORES UNIDAD LEÓN

TEMA:

Síntesis química asistida con ultrasonido de nanoestructuras de sulfuro de plata con propiedades fotocatalíticas

MODALIDAD DE TITULACIÓN:

Tesis

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

LICENCIADA EN ODONTOLOGIA

P R E S E N T A:

MERCEDES GUADALUPE MENDOZA ORNELAS



⁵Escuela Nacional de Estudios Superiores

TUTORA: DRA. MA. CONCEPCIÓN ARENAS ARROCENA

ASESOR: DR. VÍCTOR RUIZ SANTOYO

León, Guanajuato, México



Universidad Nacional Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

AGRADECIMIENTOS

Agradecimiento a la Universidad Nacional Autónoma de México por la oportunidad de estudiar en una de sus instalaciones de la máxima casa de estudios.

A la Escuela Nacional de estudios Superiores Unidad León por formarme académicamente dentro de sus bellas aulas.

A la Dra. Concepción Arenas por ser mi tutora desde mi formación académica y guiarme a lo largo de estos años para concluir mi carrera.

Al Dr. Víctor Ruiz por la ayuda brindada y asesoría en este trabajo en la fase de experimentación fotocatalítica.

A las Dras. Sarahí García, Yaily Fernández, Dulce Guzmán, Christian López por enseñarme a usar los programas estadísticos para realizar el análisis de resultados.

Al Dr. Manuel Aguilar Franco de LaNCaM de CFATA, UNAM por las mediciones HRSEM.

A la Mtra. Ma. Lourdes Palma Tirado de IBN-UNAM, por las mediciones TEM.

A María Christian Albor Cortes de Centro de Investigación de la Óptica (CIO) por las mediciones de difracción de rayos X.

Al proyecto DGAPA PAPIIT IN112921: Síntesis in-situ de compositos de politiofenos/sulfuros metálicos funcionariados para aplicaciones fotovoltaicas. Por la beca otorgada para iniciar este proyecto de investigación y al proyecto DGAPA PAPIIT IN 114124: Obtención de óxidos y sulfuros metálicos fotosensibles para aplicaciones optoelectrónicas: incidencia en la mejora de los procesos de fotogeneración y transporte de portadores de carga. Por otorgarme la beca para la conclusión de este proyecto.

A todos los doctores que forman parte del laboratorio de Biomateriales por brindarme su ayuda o aclararme dudas durante este proyecto.

A los doctores de área de odontología por fórmame académicamente, por tener la apertura de aclarar dudas, por enseñarme con paciencia y generar en mí el amor que le tengo a mi carrera.

A la Dra. María del Carmen Villanueva por ser una guía, un refugio y por todo el apoyo a lo largo de este camino.

A mis pacientes quienes depositaron en mi la confianza y me ayudaron a formar las bases de mi conocimiento clínico. Por ser amables, agradecidos y tolerantes.

DEDICATORIAS

A Dios por darme vida, salud, paciencia, resiliencia y más herramientas para poder culminar esta meta, que en algún momento puso en mi camino.

A mis papás, Conchita Ornelas y Sabino Mendoza, por enseñarme el valor del trabajo, la perseverancia y por creer en mí. Por ser mi razón y motivo para seguir adelante.

A mis hermanos, Juan, Emma, Jona, por ser mis compañeros de vida y enseñarme tantas cosas, pero sobre todo a mi hermano Dieguito, porque estoy segura de que, si la vida no se le hubiera terminado, hoy estaría aquí siendo el más orgulloso de su hermanita.

A la Dra. Concepción Arenas, por creer en mí, por ser mi apoyo inquebrantable en los momentos en que pensé en rendirme. Por sus sabios consejos, por impulsarme a salir de mi zona de confort, por regalarme muchos conocimientos, no solo en el área escolar, por brindarme su amistad sincera. Gracias de todo corazón, por su guía y confianza.

A mi gran amor José Ulises, gracias mi vida, por hacer de este camino más llevadero, por aligerarme el proceso con tu entrega y amor incondicional para poder cumplir mi sueño. Por las veces en las que me has impulsado a no renunciar. Tu amor y tu paciencia han sido mi refugio y mi impulso. Gracias por creer en mí, incluso cuando yo dudaba de lo que era capaz. Te amo infinitamente.

A dos mujeres que amo y admiro que han estado en mi vida por un poco más de diez años. Faty Cervantes y Liz Valadez. Gracias por seguir aquí y sobrevivir junto conmigo el paso de los años, gracias por ser mi soporte en momentos complicados, por ser mis fuerzas en momentos de debilidad. Pero sobre todo gracias por ser mis momentos de risas, de felicidad y hoy celebro junto a ustedes otro escalón más.

A mi familia Mendoza, por estar conmigo y apoyarme siempre. Gracias Bere por ser como mi hermana mayor, por motivarme cuando me quise rendir, por confiar en mí y alegrarte por mis logros. Gracias Dulce por regalarme tu apoyo y tu cariño, gracias, tías Elena, Pachis y Juana por el amor y la ayuda que me dan y a cada uno de todos los integrantes de esta hermosa familia gracias totales.

A la familia Ramírez Martínez por ser gran apoyo, con confiar en mí y en mis conocimientos, por acogerme en su casa y hacerme sentir parte de ustedes, gracias Sra. Ángeles, Sara, Karina y Gerardo.

A mis amigos de carrera con los que disfruté, reí, lloré y aprendí muchísimo. Lilia, Fernanda, Osvaldo y gracias Gets por ser tantas cosas en el camino, pero sobre todo por ser una excelente pareja de clínica.

ÍNDICE

AGRADECIMIENTOS	2
DEDICATORIAS	3
RESUMEN	7
ABSTRACT	8
INTRODUCCIÓN	9
CAPÍTULO I	11
Antecedentes	11
1. Marco Teórico	13
1.1. Nanotecnología	13
1.1.1 Nanopartículas	13
1.2 Métodos de síntesis de nanomateriales	13
1.3 Nanopartículas de sulfuro de plata: Métodos de obtención	16
1.4. Aplicaciones de las nanopartículas de sulfuro de plata	17
1.5. Ultrasonido	17
1.6. MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN	21
1.6.1. Microscopia electrónica de transmisión (TEM)	21
1.6.2 Espectroscopia ultravioleta-visible (UV-Vis)	21
1.6.3. Difracción de rayos X (DRX)	21
1.6.4 Análisis termogravimétrico (TGA)	22
1.6.5. Microscopia electrónica de trasmisión por barrido (SEM)	22
1.7. Fotocatálisis	24
CAPÍTULO II	25
2. METODOLOGÍA	25
2.1. Planteamiento del problema	25
2.2. Justificación	25
2.3. Hipótesis	25
2.4. Objetivo General	26
2.5. Objetivos específicos	26
2.6. Diseño de estudio	26
2.7. Criterios de elegibilidad	26
2.8. Variables de estudio	27

ſ

CAPÍTULO III	9
3. MATERIALES Y MÉTODOS 2	9
En la Tabla 3 se presentan los materiales, reactivos y equipos utilizados en la síntesis de la nanoestructuras de sulfuro de plata y para la evaluación fotocatalítica de las nanoestructuras2	is 9
3.1. SÍNTESIS DE SULFURO DE PLATA CON SOLVENTE METANOL ANHIDRO	1
3.1.1. Síntesis de sulfuro de plata utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido	2
3.1.2. Síntesis de sulfuro de plata con PEG utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno y con ultrasonido	5
3.1.3. Síntesis de sulfuro de plata utilizando metanol anhidro (en doble cantidad) en ambiente de nitrógeno con ultrasonido	6
3.1.4. Síntesis de sulfuro de plata Ag ₂ S con PEG utilizando metanol anhidro (en doble cantidad) en ambiente de nitrógeno con ultrasonido	6
3.1.6. Síntesis de sulfuro de plata Ag ₂ S con PEG utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido a 80 KHz3	8
3.1.7. Síntesis de sulfuro de plata Ag ₂ S utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido a 80 kHz y secado en horno	9
3.1.8. Síntesis de sulfuro de plata Ag ₂ S con PEG utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido a 80 kHz y secado en horno	9
3.1.9. Síntesis de sulfuro de plata utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno sin ultrasonido4	-0
3.2 SÍNTESIS DE SULFURO DE PLATA CON SOLVENTE AGUA DESTILADA	1
3.2.1. Síntesis de nanopartículas de sulfuro de plata con agua y ultrasonido4	.2
3.2.2. Síntesis de sulfuro de plata con PEG utilizando agua y ultrasonido4	4
3.2.3. Síntesis de nanopartículas de sulfuro de plata con agua sin ambiente de nitrógeno y sin ultrasonido4	4
3.2.4. Síntesis de sulfuro de plata con PEG con agua destilada sin ambiente de nitrógeno y sin ultrasonido	4
3.3 CARACTERIZACIONES	.5
3.3.1 Difracción de rayos X	.5
3.3.2. Espectroscopia UV-VIS	.5
3.3.3. Imágenes TEM4	6
CAPITULO IV	.7
4. FOTOCATÁLISIS	.7
CAPÍTULO 5	.9
5. RESULTADOS	.9

5.1. RESULTADOS DEL PRODUCTO DE SULFURO DE PLATA CON METANOL ANHIDRO
5.1.1 Resultados de sulfuro de plata utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido51
5.1.1.1 Ag ₂ S-OH/UT a 42kHz y secado en parrilla52
5.1.1.2 Ag ₂ S-OH-PEG/UT a 42kHz y secado en horno
5.1.1.3 Ag ₂ S-OH/UT a 42kHz, doble cantidad de solvente y secado en horno
5.1.1.4 Ag ₂ S-OH-PEG/UT a 42 KHz, secado en horno, doble cantidad de metanol anhidro59
5.1.1.5 Ag ₂ S-OH/UT a 80 KHz, secado en parrilla61
5.1.1.6 Ag ₂ S-OH-PEG/UT a 80 KHz, secado en parrilla63
5.1.1.7 Ag ₂ S-OH/UT a 80 KHz, secado en horno65
5.1.1.8 Ag ₂ S-OH-PEG/UT a 80 KHz, secado en horno67
5.1.2 Resultados de sulfuro de plata utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno sin ultrasonido69
5.1.2.1 Ag ₂ S-OH secado en Parrilla69
5.1.2.2 Ag ₂ S-OH-PEG secado en Parrilla71
5.2.1 Resultados de sulfuro de plata utilizando agua destilada con ultrasonido
5.2.1.1 Ag ₂ S-H ₂ O/UT secado en Parrilla77
5.2.1.2. Ag ₂ S-H ₂ O-PEG/UT secado en Parrilla79
5.2.2 Resultados de sulfuro de plata utilizando agua destilada sin ultrasonido
5.2.2.1 Ag ₂ S-H ₂ O
5.2.2.2 Ag ₂ S-H ₂ O-PEG
5.3 Resultados de fotocatálisis87
5.4 Discusión
6. Conclusiones
Trabajo futuro
Productos académicos91
REFERENCIAS

RESUMEN

Introducción: El sulfuro de plata es un material semiconductor que posee propiedades químicas y físicas adecuadas para aplicaciones fotocatalíticas, biológicas y médicas, entre otras. La síntesis asistida con ultrasonido es un método eficiente para obtener materiales nanoestructurados.

Objetivo: Determinar las condiciones óptimas de obtención de sulfuro de plata, a través de una síntesis asistida con ultrasonido con la finalidad de evaluar las propiedades fotocatalíticas.

Materiales y métodos: Se prepararon 14 síntesis de nanoestructuras de sulfuro de plata (Ag₂S) variando las condiciones de preparación como el ambiente de reacción (medio ambiente o nitrógeno), la frecuencia de ultrasonido (0, 42 u 80 kHz), el agente estabilizador (con y sin polietilenglicol (PEG)), así como el medio de solución (agua destilada o metanol anhidro). A los grupos se les realizaron caracterizaciones UV-Vis, DRX, micrografías TEM. Las pruebas fotocatalíticas se realizaron con una lámpara de luz UVC (10 W), para degradar naranja de metilo.

Resultados: Las nanopartículas que fueron sintetizadas bajo las condiciones de ambiente nitrógeno, con PEG y a 42 kHz, coinciden en todos los picos con la carta cristalográfica acantita PDF #00-014-0072 y absorben en un rango de 444 nm a 563 nm. Los resultados de fotocatálisis muestran que las nanopartículas sintetizadas con PEG a una frecuencia de 80 kHz presentó una degradación de 50% en el minuto 60 y a la misma frecuencia, pero sin PEG la degradación se presentó en el un 40% en el minuto 15. Las síntesis a 42 kHz sintetizadas con PEG la degradación de 25% al minuto 30 y del 15% al minuto 10, aquellas que no se sintetizaron con PEG. Hubo variaciones en los parámetros y disminución de la efectividad del fotocatalizador. Aquellas en las cuales no se utilizó frecuencia ultrasónica, con PEG se obtuvo una degradación cerca de 45% en el minuto 90 y sin PEG se obtuvo un 35% de degradación en el minuto 90.

Se obtuvieron nanopartículas con morfologías esférica, semiesférica, cúbicas y nanobarras. En los grupos sintetizados con agua destilada presentan impurezas adicionales a la carta cristalográfica de acantita, muestra una absorbancia en un rango de 401 a 426 nm y las morfologías que presentan son esféricas y semiesféricas.

Conclusiones: El medio de solución de metanol, ambiente de nitrógeno con PEG a 42 kHz fueron las condiciones más adecuadas para obtener el sulfuro de plata en la fase cristalina acantita.

En las pruebas de actividad fotocatalítica, las nanoestructuras sintetizadas a 80 kHz, tanto con PEG como sin PEG, mostraron los mayores porcentajes de degradación, en comparación con las sintetizadas a 42 kHz y 0 kHz. Sin embrago, la curva de degradación de las muestras sintetizadas sin frecuencia de ultrasonido mostró una degradación lineal.

En relación al tamaño, las nanopartículas de sulfuro de plata sintetizadas en soluciones acuosas son más pequeñas comparadas con aquellas sintetizadas a la misma frecuencia en soluciones anhidras.

Se presentaron más variaciones en la morfología de las nanoestructuras en aquellos grupos en los cuales se sintetizaron a una frecuencia de 80 kHz.

ABSTRACT

Introduction: Silver sulfide is a semiconductor material with suitable chemical and physical properties for photocatalytic, biological, and medical applications, among others. Ultrasound-assisted synthesis is an efficient method for obtaining nanostructured materials.

Objective: To determine the optimal conditions for obtaining silver sulfide through ultrasound-assisted synthesis in order to evaluate its photocatalytic properties.

Materials and Methods: Fourteen syntheses of silver sulfide (Ag₂S) nanostructures were prepared by varying the preparation conditions, such as the reaction environment (ambient air or nitrogen), ultrasound frequency (0, 42, or 80 kHz), stabilizing agent (with and without polyethylene glycol (PEG)), and the solvent medium (distilled water or anhydrous methanol). The samples were characterized by UV-Vis, XRD, and TEM analysis. Photocatalytic tests were carried out using a UVC light lamp (10 W) to degrade methyl orange.

Results: Nanoparticles synthesized under nitrogen atmosphere, with PEG, and at 42 kHz matched all peaks of the acanthite crystallographic pattern (PDF #00-014-0072) and showed absorption in the range of 444 nm to 563 nm. Photocatalytic results showed that nanoparticles synthesized with PEG at 80 kHz exhibited 50% degradation at 60 minutes, while those synthesized at the same frequency without PEG showed 40% degradation at 15 minutes. Syntheses at 42 kHz with PEG achieved 25% degradation at 30 minutes, and 15% degradation at 10 minutes without PEG. Variations in parameters resulted in decreased photocatalytic efficiency. In the experiments conducted without the application of ultrasonic frequency, a degradation of approximately 45% was achieved at 90 minutes in the presence without PEG, whereas in the absence of PEG, the degradation reached 35% at the same time.

Nanoparticles with spherical, semi-spherical, cubic, and nanorod morphologies were obtained. The groups synthesized with distilled water showed additional impurities compared to the acanthite crystallographic pattern, exhibited absorbance in the 401 to 426 nm range, and presented spherical and semi-spherical morphologies.

Conclusions: Methanol as the solvent, nitrogen atmosphere, and the use PEG at 42 kHz were the most suitable conditions for obtaining silver sulfide in the acanthite crystalline.

In the photocatalytic activity tests, the nanostructures synthesized at 80 kHz, both with and without PEG, showed the highest degradation percentages, in comparison to those synthesized at 42 kHz and 0 kHz. Nevertheless, the degradation curve of the samples synthesized without the application of ultrasonic frequency exhibited a linear degradation.

In terms of size, silver sulfide nanoparticles synthesized in aqueous solutions were smaller compared to those synthesized at the same frequency in anhydrous solutions. Greater morphological variations were observed in the nanostructures synthesized at a frequency of 80 kHz.

INTRODUCCIÓN

La síntesis asistida por ultrasonido se ha dado a conocer como un método importante en la síntesis de nanomateriales, se han publicado diversos estudios sobre la preparación de nanopartículas con el uso del ultrasonido en disolventes acuosos o alcohólicos (Jiang et al., 2024) (Arenas et al., 2013) (Kalantari & Shokuhfar., 2023). Este método ha sido utilizado para la síntesis de nanomateriales y compuestos los cuales incluyen nanopartículas metálicas, materiales catalíticos y proteínas (Yang et al., 2021).

El sulfuro de plata (Ag₂S) es un material semiconductor que se caracteriza por una banda prohibida directa de 0,9-1,05 eV y un alto coeficiente de absorción, por lo cual posee la capacidad de una absorción significativa de 200 a 800 nm (Fakhri et al., 2015) (Zailan et al., 2025). Este material tiene propiedades químicas y físicas adecuadas para aplicaciones como fotocatalizador NIR y aplicaciones biológicas y médicas debido a sus propiedades fotoélectricas y termoélectricas (Vijayan et al., 2022). Además, es un material que se aplica en celdas solares y fotoquímica (Ren et al., 2022).

La obtención del Ag₂S ha sido investigada durante las últimas décadas debido a que posee una estructura bidimensional única, una excelencia estabilidad química y una baja toxicidad (Ma et al., 2020). El Ag₂S se sintetiza bajo diversos métodos, por ejemplo, deposición en baño hidroquímico, síntesis de plantilla, técnica de sol-gel, microemulsión, síntesis sonoquímica, hidrotermal, solvotermal, electroquímica, entre otras (Sadovnikov et al., 2018).

La preparación eficiente y el control de tamaño de las nanoparticulas de Ag₂S son fundamentales, sin embargo, debido a que el producto de solubilidad del sulfuro de plata es muy bajo, los iones de plata y azufre reaccionan de inmediato formando Ag₂S. Teniendo dificultades el control del proceso de reacción y lo que puede provocar un aumento no deseado en el tamaño de las nananopartícula. Cada tipo de síntesis requiere condiciones específicas de reacción, procesos de preparación y postratamiento complicados además de un costo alto de producción (Ma et al., 2020). Dentro del grupo de trabajo se han obtenido nanopartículas de Ag₂S asistido con ultrasonido en medio acuoso, pero el producto presenta subproductos derivados de la reacción química entre el agua, aíre del ambiente y los precursores (Torres, R; 2023).

Por otro lado, el naranja de metilo es un tinte ampliamente utilizado en las industrias alimentarias, textiles, papelera y farmacéutica, por lo tanto, este colorante representa la mayor parte de la contaminación ambiental (Gnanasekaran et al., 2023). Se busca eliminar el naranja de metilo de las salidas de efluentes industriales, debido a su naturaleza cancerígena y la mutación genética (Hasanpour et al., 2021).

Existen diferentes enfoques para eliminación de colorantes como el naranja de metilo, por ejemplo; la fotocatálisis, adsorción química, métodos químicos y biológicos (Faheem et al., 2024). La

fotocatálisis es un proceso que consiste en reacciones oxido-reducción, estas reacciones dadas por excitación y transferencia de electrones en un material sólido. En los últimos años se han utilizado en la degradación de contaminantes en agua (Duran et al., 2015). Esta técnica consiste en la absorción de luz visibles o UV por un semiconductor, dando como resultado fotorreacciones mediante un catalizador que, al absorber la luz, generan reacciones de óxido reducción las cuales degradan y mineralizan la sustancia contaminante (Guarín & Mera., 2011). En las últimas décadas se han empleado fotocatalizadores basado en nanopartículas como el óxido se zinc, dióxido de titanio y dióxido de estaño, las cuales han dado resultados en la eliminación de contaminantes orgánicos e inorgánicos del agua (Hasanpour et al., 2021).

Con base en lo anterior, en este trabajo se presenta una variación de síntesis de sulfuro de plata asistida con ultrasonido en medio como el medio de reacción (medio controlado de nitrógeno en cámara de guantes o medio ambiente), soluciones en que se realiza (acuosas o metanol anhidro), el uso o no de ultrasonido, la adición o no de agente ligante de polietilenglicol (PEG), así como la variación de la frecuencia (0, 42 u 80 kHz). Lo anterior con la finalidad de evaluar las características de las nanopartículas de sulfuro de plata obtenidas, como morfología, tamaño, cantidad final de nanopartículas obtenidas y describir las diferencias visuales entre cada producto obtenido teniendo como resultado de 14 grupos de nanopartículas.

Además, se evaluó la acción fotocatalítica de cuatro grupos sintetizados. Los grupos evaluados fueron los que se obtuvieron bajo las condiciones, cámara de guantes, metanol anhidro, ultrasonido a 42 y 80 kHz y uso con y sin uso de PEG.

CAPÍTULO I.

Antecedentes

Se han desarrollado diferentes métodos de síntesis con los cuales se ha buscado las mejores características y funcionalidad del sulfuro de plata. En el año 2000, se realizó una síntesis de este material en la cual se obtuvo sulfuro de plata cristalino en soluciones acuosas. Para esta síntesis se utilizaron soluciones de 0.005 moles de azufre en 50 ml de solución de NaOH de 0.1 moles y se formó una solución de polisulfuro. También se realizó otra solución con nitrato de plata (15.6 M) en 2 ml de amoniaco acuoso. Ambas soluciones, fueron mezcladas y se produjo un precipitado color negro, este precipitado se filtró y se lavó con ácido nítrico (0.1 M) diluido y agua destilada; se dejó secar al vació al 50°C durante 4 horas. El producto fue caracterizado por difracción de rayos X, Microscopia TEM y espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS) (Zhand et al., 2000).

En el año 2008, se realizó una síntesis coloidal con una solución de nitrato de plata (AgNO₃) al 0.027M y 1-tioglicerol, como agente estabilizante. Para la realización de esta síntesis se ajustó la solución de AgNO₃ a un pH de 9.0 con una solución de hidróxido de sodio (NaOH) a una concentración de 1M. Las soluciones fueron agregadas a un matraz de tres bocas y se agregó N_2 durante 30 minutos para evitar cualquier oxidación de los iones plata (Ag⁺).

En esta síntesis se obtuvieron nanocristales de sulfuro de plata altamente cristalino con forma esférica y un tamaño de 10 a 20 nm (Jang et al., 2008).

En el año 2015, Sadovnikov y Repel llevaron a cabo un estudio sobre la síntesis de sulfuro de plata, utilizando diferentes métodos para la obtener partículas de diámetros de 30 a 40 nm y de 500 nm. Uno de los métodos de síntesis utilizado, fue la precitación química con los reactivos AgNO₃ y sulfuro de sodio (Na₂S) y agentes complejos como citrato de sodio (Na₃C₆H₅O₇, Na₃Cit) y Trilon B. Después de realizar la solución con estos reactivos, se dejó reposar 24 horas para su posterior lavado, filtrado y secado al aire a una temperatura de 323 K. También realizaron una síntesis hidrotermal utilizando mezclas de AgNO₃, Na₂S y Na₃Cit en las cuales se utilizó una temperatura de reacción de 373 K durante 2 horas. Para la síntesis con Trilon B, se agregaron 50 ml de este agente con agitación contante a una solución de AgNO₃, posteriorriente se mezcló con 100ml de solución de Na₂S. Se dejó sedimentar por 2 días para su posterior lavado y secado al aire a una temperatura de 323 K. La solución se sometió a ultrasonido durante 30 min debido a la aglomeración de las partículas de sulfuro de plata. Con este tipo de síntesis obtuvieron polvos con tamaño de partícula de 500 nm (Sadovnikov & Rempel, 2015).

Por otro lado, el ultrasonido es uno de los métodos más utilizados, este proceso genera una cavitación acústica que produce temperaturas y presiones localizadas extremadamente altas, facilitando la formación de nanopartículas bien dispersas. En el año 2011 se desarrolló un método de nanoesmulsión ultrasónica, en el cual se logró obtener altas tazas de cizallamiento generadas por la cavitación ultrasónica, para provocar el rompimiento de las gotas metálicas fundidas y reducirlas a un tamaño inferior a 100 nm. Emplearon metales de bajo punto de fusión como indio

y Field's Metal, los cuales se mezclaron en una base continua viscosa (aceite de polialfaolefina), para facilitar la dispersión y la estabilización de las nanopartículas. Con el uso del ultrasonido se produjeron cavitaciones, las cuales proporcionan una fuerza suficiente para fragmentar las gotas y convertirlas en nanogotas. Con este procedimiento obtuvieron nanopartículas bien dispersas y uniformes con diámetros de 15 nm (Field's) y 30 nm (indio) (Han ZH. et al., 2011). Así mismo en el año 2016, Jhuang & Cheng realizaron una síntesis de nanopartículas de plata compuestas con dióxido de titanio con un proceso de síntesis asistida con ultrasonido. El método se compone por la deposición de la plata en la superficie del TiO₂ mediante un proceso de reducción de iones de plata en presencia de etilenglicol y solución alcalina de NaOH. El uso del ultrasonido en combinación con la reducción de los iones de plata (Ag⁺), permite a reducción rápida de Ag⁺ a nanopartículas de Ag sobre TiO₂. Además, la naturaleza autocatalítica de la reacción da como resultado un crecimiento controlado de las nanopartículas (Jhuang & Cheng, 2016).

En el año 2021, se realizó una investigación sobre la actividad fotocatalítica de ZnO degradando naranja de metilo sonofotocatalíticamente. Para este estudio se realizó la síntesis hidrotermal de ZnO en morfologías diferentes; varillas, flor laminar. Para la realizar las pruebas fotocatalíticas se usó naranja de metilo como contaminante. Se mezclaron 10 mg de focatalizador en 100 ml de naranja de metilo. La solución se agitó durante 30 min en la oscuridad, pasado ese tiempo se colocó en el centro de un ultrasonido con potencia de 200 W y frecuencia de 40 kHz, también se colocó una fuente de luz UV de 300W a temperatura ambiente. El efecto de cavitación promueve la degradación de contaminantes. En intervalos de tiempo iguales, se extraían algunos mililitros de la solución y se centrifugan a 11.000 rpm durante 5 min, para posteriormente tomar UV-Vis y determinar la cantidad de naranja de metilo degradado. Los resultados que obtuvieron a los 100 min fue que el ZnO en forma de lámina degradó un 54%, en forma de flor un 52.6 % y en forma de varilla 7.2% (Yang et al., 2021).

1. Marco Teórico

1.1. Nanotecnología

El concepto de nanotecnología fue introducido por el físico Richard Feynman en 1959 quién realizó una presentación de cómo fabricar materiales a nivel atómico y molecular (Haleem et al., 2023).

La nanotecnología se encarga de la fabricación de materiales con precisión atómica (Rafique et al., 2020) y se define como la integración de la física, química, la biología y otras múltiples ramas con el fin de explorar y aplicar materiales y dispositivos a nanoescala según sus propiedades y funcionalidad.

El campo de la nanotecnología ha sido estudiado por las aplicaciones innovadoras de los nanometariales en diferentes industrias como: agricultura, alimentación, biomedicina, electrónica, optoelectrónica entre otras (Mondal et al., 2024).

1.1.1 Nanopartículas

Las nanopartículas son estructuras con tamaños que oscilan de 1 a 100 nm y están formadas por variedad de materiales como por ejemplo de carbono, metal/es o sustancias orgánicas, como agregados de proteínas, cuerpos lipídicos, emulsiones lácteas, virus.

Llegan a estar compuestas por 100 átomos y tienen propiedades fisicoquímicas importantes. El comportamiento y funcionalidad de las nanopartículas depende de su tamaño. (Campaña et al., 2023) (Romero, 2012). Son utilizadas como agentes reforzantes para mejorar las propiedades mecánicas, la conductividad térmica y eléctrica de los materiales. (Rashid et al., 2024)

1.2 Métodos de síntesis de nanomateriales

Los métodos de síntesis se pueden clasificar en dos categorías:

- **De arriba hacia abajo** (Top-down): Es la formación de nanopartículas por reducción de tamaño de un material a través de métodos físicos.
- **De bajo hacia arriba** (Bottom-up): Son métodos conocidos como "autoensamblaje" (Garrido, 2016). En esta categoría la formación de nanopartículas es a partir del uso de átomos y moléculas (Namakka, et al., 2023). Figura 1.



Figura 1. Métodos de síntesis de nanopartículas Top-down y Bottom-up (Garrido, 2016).

Estos métodos se pueden dividir en tres tipos: físico, químico y biológico y estos enfoques a su vez se dividen en subtipos como se muestra en la **figura 2**.





Se han desarrollado diversos métodos de síntesis para la obtención de nanopartículas, los cuales se pueden incluir los métodos secos y los métodos húmedos; en el primer método de síntesis no se necesitan disolventes. Las nanopartículas sintetizadas por este método carecen de control de precisión ya que se producen en masa. Mientras que en el segundo; se requieren métodos acuosos para la fabricación de nanopartículas. Las características de las nanopartículas sintetizadas por medios húmedos, es que, si se puede controlar la morfología y el tamaño promedio de las nanopartículas obtenidas, pero no la cristalinidad ni la pureza (Wang, et al., 2021).

En los últimos años se ha estudiado la obtención de nanomateriales por medio de biosíntesis, esta técnica es amigable con el medio ambiente, se sustituyen los reactivos químicos por los extractos de plantas, bacterias, virus, algas, transformando los iones inorgánicos metálicos por nanopartículas metálicas (Villastrigo et al., 2021).

La síntesis húmeda se puede dividir en los siguientes subtipos:

• Método de síntesis de precipitación química.

Es un método por el cual, los materiales disueltos en medio acuoso o solvente cambian su forma a partículas sólidas. La síntesis química se puede lograr mediante reacciones químicas. Para este tipo de síntesis se tiene que seleccionar reactivos, temperatura de reacción, disolventes, catalizadores, proporción y concentración de los precursores, tiempo y velocidad de reacción entre otros factores influyentes (Bachhav, K & Garde, A, 2023) (Wang, et al,2021).

• Método de síntesis sol-gel

Este método comprende de dos fases, una de ellas es la dispersión de partículas sólidas (1-100 nm) en una fase líquida (sol) y la gelificación de esta fase. Es decir, crea sólidos a partir de alcóxidos pasando por subfases que son: hidrólisis y condensación de un alcóxido, seguido por un secado del gel. La hidrólisis y policondensación de los alcóxidos precursores, para proseguir por el envejecimiento del gel y un secado en condiciones ambientales y finalizar con la calcinación. (Choukchou, 2023) (Gutierrez & Cartellanos, 2011) Esta técnica es utilizada para elaborar materiales como polvos cristalinos, polímeros cerámicos, y óxidos metálicos. (Cortes & Pereira, 2016)

• Método de síntesis hidrotermal

La síntesis hidrotermal se basa en la acción del agua a presión y temperatura elevadas en un ambiente sellado (Yadav & Sharma, 2021). Es un método simple y eficaz para sintetizar nanopartículas (Bachhav et al., 2023). Este método se lleva a cabo con temperaturas superiores a los 100°C. Existe una variación llamada solvotermal donde se utiliza algún solvente (Bahena, 2022).

• Método de síntesis de emulsión.

Esta síntesis se lleva a cabo por la formación de una solución polimérica y un compuesto activo en un solvente volátil inmiscible en agua. La fase orgánica se emulsifíca en agua mediante agitación con ayuda de un homogeneizador o por ultrasonido. Se puede emplear tensoactivos para estabilizar la emulsión. El solvente orgánico se evapora, esto causa que el polímero insoluble en agua se precipite formando nanopartículas (Lancheros et al., 2014).

Además, existen métodos de síntesis de alta temperatura los cuales operan con temperaturas elevadas. En este tipo de síntesis es difícil controlar las variables de procesamiento. Los métodos de temperatura incluyen (Wang, 2021):

- Síntesis por combustión
- Síntesis de pirólisis y métodos de secado por aspersión
- Síntesis por aspersión a la llama.

Otro método utilizado para la obtención de nanomateriales es la técnica sonoquímica o ultrasonido. Esta técnica es empleada para impulsar las reacciones químicas. (Huston et al., 2021)

1.3 Nanopartículas de sulfuro de plata: Métodos de obtención

La formación de nanopartículas en un proceso químico dado por reacciones de moléculas o de iones que sirven como precursores de los núcleos que experimentan crecimiento o reacciones adicionales para la formación de nanopartículas (León-Velázquez et al., 2010).

El sulfuro de plata es un material calcógeno, semiconductor con gran coeficiente de absorción ha sido estudio en múltiples aplicaciones en conductores, celdas voltaicas, nano eléctrica, biosensores y su catálisis, esto por sus propiedades ópticas de alto grado, eléctricas y estructurales (Fueaimi et al., 2021) (Wang et al., 2021).

El sulfuro de plata tiene tres fases (Sadovnikov et al., 2023):

- A una temperatura baja, con forma monocíclica α -Ag₂S (acantita) con propiedades semiconductoras
- Temperatura de 450 K, de forma cúbica β Ag₂S (argentita) con propiedades metálicas
- Temperatura de 452 a 860 K forma cúbica γ- Ag₂S

El sulfuro de plata nanoestructurado se ha sintetizado de diversas maneras: deposición química, síntesis hidrotermal, sol-gel, mediante microemulsiones, técnica sonoquímica, electroquímica, asistida por microondas, implantación de iones, irradiación gamma y métodos que emplean precursores organometálicos ((Sadovnikov et al., 2018) (Karthikeyan, & Vijayachamundeeswari, 2022).

Cada método produce nanopartículas de sulfuro de plata con propiedades particulares; forma cúbicas o dendríticas con propiedades bioactivas (Martinez-Castañon, et al., 2005). Por ejemplo, con el método ultrasónico sintetiza diversas formas de nanopartículas como: partículas, varillas, tubos y alambres (Emadi et al., 2011)

1.4. Aplicaciones de las nanopartículas de sulfuro de plata

Debido a sus diversas propiedades electrónicas, estructurales, ópticas y eléctricas, se han empleado en los campos de electrónica, la biología moderna y la medicina.

Debido a su pequeño diámetro (quantum dots) se han utilizado para imágenes in vivo de órganos y tejidos para el diagnóstico temprano de cáncer (Plastun et al., 2021).

1.5. Ultrasonido

El ultrasonido son ondas acústicas con frecuencias superiores a la que el oído humano puedo escuchar. El oído humano es limitado y tiene la capacidad de 18,000 vibraciones lo equivalente a 18 kHz, una vibración inferior a esta es imposible escucharla.

El ultrasonido trabaja en intervalo de 15 kHz a 10 MHz y con frecuencias correspondientes a longitudes de onda acústicas de 10 a 0.01 cm² (Hommer, 1998).

Los ultrasonidos se pueden dividir de la siguiente manera:

- Ultrasonidos de baja energía son aquellos que manejan alta frecuencia, pero baja potencia, estos ultrasonidos trabajan con frecuencias superiores a 10 kHz y una intensidad inferior a 1W/cm².
- Ultrasonido de alta energía o llamados alta potencia que trabajan con baja frecuencia y alta intensidad. Utilizan frecuencia que oscilan de los 20 y 500 kHz a intensidades por arriba de 1W/cm² (Olucho, 2013).

El uso del ultrasonido para generar reacciones químicas se denomina como sonoquímica (Cabañas Polo, 2012). El mecanismo de acción del ultrasonido se da por la formación, crecimiento y rompimiento de burbujas en un líquido. El uso de esta herramienta es por la aceleración de las reacciones a temperatura acompañadas de presiones bajas, tiene como resultado mejor rendimiento y reacciones específicas. (Hommer, 1998). Es decir, no existe interacción directa de la radiación ultrasónica y las sustancias químicas presentes en el medio líquido, sin embargo, esta interacción genera algunos fenómenos físicos (Cabañas Polo, 2012), como:

- Cavitación: Formación de burbujas a consecuencia de la "rotura" de un medio líquido, esta es causada por la presión en el medio líquido esta se genera cuando la presión alcanzada en el interior del líquido esta debajo de la presión de vapor de este. La cavitación es causada por el flujo turbulento, la descarga eléctrica, la ebullición del propio líquido o la radiación acústica.
- Cavitación acústica: Paso de una onda sonora a través de un medio líquido, las moléculas que forman el líquido sufran una oscilación por el aumento de presión, esta cavitación consta de tres etapas:
 - o La nucleación: esta llevada a cabo en los defectos o puntos débiles de líquido

- El crecimiento: la evolución de la burbuja dependerá de la intensidad de la radiación acústica. A elevada intensidad el crecimiento es rápido lo que provoca la no contracción de la burbuja teniendo como consecuencia que la burbuja ascienda la superficie. Si hay menos intensidad de radiación se genera un crecimiento más controlado y puede expandirse y contraerse en reídas ocasiones durante el ciclo de onda.
- Implosión de la burbuja de cavitación: Una vez alcanzado el tamaño ideal la burbuja es capaz de absorber energía de la radiación y crece hasta un tamaño máximo donde ya no absorbe más energía y colapsa como se muestra en la Figura 3 (Cabañas Polo, 2012).



Figura 3. Cavitación inducida por ultrasonido (Sánchez Contreras, 2016)

En la Tabla 1, se presentan los tipos de síntesis y la descripción de cada una de ella, para obtener nanoestructuras de Ag_2S .

Autor	Tipo de síntesis	Descripción de la síntesis
Subramaniyan et al., 2019	Reducción química	Se utiliza N14E como agente estabilizante y NaBH ₄ como agente reductor. Se transfirieron 0.3 mM de N14E disuelto en 1 mM de NaOH y 1 ml de etanol a 50 ml de DDW que contenía 0.25 mM de Na ₂ S. A esta mezcla se le añadieron 10 μ M de NaBH ₄ y se dejó en reposo sin perturbar. La aparición de un color amarillo brillante confirma la formación de Ag. Después de 24 h, se recogieron 25 ml de Ag y se trataron con 0.25 mM de Na ₂ S. La disminución del color amarillo sugiere la formación de nanopartículas de Ag ₂ S.
Sadovnikov, 2019	Deposición hidroquímica	Se prepararon polvos y soluciones coloidales de Ag_2S mediante deposición química a partir de nitrato de plata $AgNO_3$, sulfuro de sodio Na_2S y citrato de sodio $Na_3C_6H_5O_7$. La síntesis se llevó a cabo a 298 K en la oscuridad. Se prepararon soluciones acuosas de $AgNO_3$, Na_2S y $Na_3C_6H_5O_7$. A 50 ml de la solución de $AgNO_3$ se le añadió 50 ml de la solución Na_2S . La mezcla reaccionó oscureciéndose rápidamente, dando como resultado la formación de sulfuro de plata. Las Nps Ag_2S se asentaron y la solución se aclaró en 30-60 min. La reacción se llevó a cabo en un medio neutro para la formación de otros compuestos, esta reacción se dejó reposar por 24 h para asegurar la sulfuración completa. El polvo de sulfuro de plata se lavó con agua destilada y se secó al aire a una temperatura de 323 K.
Xue et al., 2019	Microemulsió n inversa de un solo paso a temperatura ambiente	Se empleó un proceso de microemulsión inversa de una sola etapa en el trabajo. En primer lugar, se disolvieron 0.4446 g de surfactante AOT y 0.0102 g de co-surfactante hexanol en 10 mL de isooctano y se agitaron hasta obtener una solución clara de AOT al 0.1 M. Luego, se agregaron 180 mL de una solución acuosa de Na ₂ S (0.1 M) a 5 mL de la solución de AOT recién preparada y la mezcla se emulsionó mediante ultrasonido hasta formar una microemulsión de color blanco. A continuación, se disolvió primero 0.1669 g de acetato de plata en 2 mL de oleamina y luego en 8 mL de isooctano; luego, el acetato de plata controlando las relaciones molares de Ag ⁺ /S ₂ ⁻ razón molar en 1:4, 1:1, 2:1, respectivamente, se agregó a la microemulsión gota a gota y la reacción continuó durante 2–8 h bajo ultrasonido, en la cual se formaron QDs de Ag ₂ S cuando Ag ⁺ se unió con S ²⁻ en las gotas líquidas (Ag ⁺ + S ²⁻ \rightarrow Ag ₂ S). La mezcla cambió de color de amarillo a marrón con el aumento del tiempo de reacción y se obtuvieron QDs de Ag ₂ S con tamaños de 3 nm y 8 nm a las 2 h y 8 h para la razón molar 2:1, respectivamente. Además, se agregaron 0.001 g de 1-dodecanotiol a la microemulsión y se agitaron durante 2 h, lo que permitió que las moléculas de 1-dodecanotiol se adhirieran a la superficie de los QDs de Ag ₂ S. La mezcla se centrifugó a 12,000 rpm y se eliminó el líquido superior, mientras que el precipitado se lavó con etanol para eliminar el surfactante AOT. Los productos finales recubiertos con 1-dodecanotiol se dispersaron en isooctano. Todos los experimentos se realizaron a temperatura ambiente.
Ma et al., 2020	Síntesis in-situ	Se disolvieron 0.10 moles de hidróxido de potasio en 100 ml de alcohol etílico (95%) y luego se añadieron 0.10 moles de dietilamina a la solución de reacción. Las mezclas resultantes se agitaron vigorosamente bajo un baño de hielo y luego se añadieron lentamente gota a gota 0.12 moles de disulfuro de carbono y se agitaron durante la noche a temperatura ambiente. Se añadieron 100 ml de etanol absoluto a la solución anterior, luego se

Tabla 1. Síntesis de Ag_2S mediante diversos métodos. (Fuente propia).

Magalhães et al., 2020	Síntesis por microondas	añadieron gota a gota 50 ml de una solución de nitrato de plata de 2 mol/l a la solución de reacción y se continuó la agitación durante 180 min. Las soluciones resultantes se filtraron con papel de filtro a presión atmosférica, los productos recogidos se lavaron alternativamente con alcohol etílico y agua desionizada hasta que el filtrado fue incoloro y luego se secaron a 60°C para obtener el polvo precursor de fuente única. Se purgó una mezcla de 1 mmol de AgNO ₃ y 5 g de 1-dodecanotiol con N ₂ y se calentó en un reactor de microondas a 300°C durante 10 minutos. La temperatura se mantuvo durante 5 minutos y el recipiente estaba bajo irradiación de luz blanca desde la lámpara interna del reactor.
Sharma et al., 2023	Enfoque químico húmedo	Se disolvieron 0.5 g de AgNO ₃ en agua destilada y luego se añadieron 1 ml de etilenglicol. La mezcla fue seguida por agitación contante y calentamiento a una temperatura de 70°C. Se agrega amoníaco gota por gota bajo agitación y calentamiento continuos para establecer el proceso. Durante la adición de amoníaco, la solución se volvió primero color marrón, luego transparente. Después, se añadió a la solución una cantidad de 3-MPA al 2% (4ml, 6 ml, 8ml, 10 ml, 12 ml) bajo agitación continua. La agitación y el calentamiento de las soluciones se llevaron a cabo durante 3 horas en condiciones optimizadas. Pasadas las 3 horas las muestras se enfriaron durante 4 h. El producto obtenido tenía un color negruzco, después se lavaron las muestras con agua destilada y se centrifugaron a 2000 rpm a 50°C en un horno durante tres días.
Ibrahaim et al., 2023	Síntesis química	En un matraz de tres bocas se agregaron 1.5 mmol de AgNO ₃ y 3 mmol del agente de recubrimiento TGA en 75 mL de agua destilada. Se añadió gota a gota una solución de NaOH (1 M) a la solución inicial para ajustar el pH a 11. Las moléculas de tioles reaccionan fuertemente con los iones de plata para formar complejos Ag-TGA que actúan como nuevos precursores de reacción. Después de eso, la mezcla se agitó magnéticamente y se desgasificó en presencia de N ₂ . En segundo lugar, se inyectó una solución de 0.375 mmol de Na ₂ S en 25 mL en la solución que contiene complejos Ag-TGA a temperatura ambiente. Después de eso, la mezcla se calentó a 100°C durante 2 h, lo que llevó a la coloración progresiva de la solución de nanopartículas de Ag ₂ S. Esto se debe a la liberación lenta de iones Ag ⁺ , que reaccionan con iones de azufre para dar pequeñas nanopartículas de Ag ₂ S que crecen continuamente. Finalmente, la mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente y luego se purificó por precipitación y lavado con etanol. Las muestras se almacenaron para aplicaciones eventuales en ambiente atmosférico a 4°C.
Sadovnikov, 2023	Síntesis hidrotermal	Se llevó a cabo en mezclas de reacción acuosa y alcohólicas. En las mezclas alcohólicas, el etilenglicol ($C_2H_6O_2$ y nitrato de plata (AgNO ₃) se utilizó como fuente de iones de plata. La fuente de iones de azufre fue Na ₂ S, azufre elemental (S) o tiocarbamida (NH ₂) ₂ CS. En la síntesis acuosa se utilizó citrato de sodio como estabilizador. Los reactivos iniciales se fundieron y mezclaron usando un agitador magnético EKROS-6100 en la oscuridad bajo luz roja durante 1 h. La mezcla de reacción preparada se vertió en un matraz de teflón hermético al vacío de 50 mL, en el cual se llevó a cabo la síntesis hidrotérmica. Para ello, un matraz de teflón cerrado con la mezcla de reacción se colocó en un reactor de acero de paredes gruesas con una tapa de tornillo de acero especialmente fabricada para adaptarse al matraz de teflón. Este sistema cerrado excluyó el contacto con el entorno externo y la posible evaporación de la solución, asegurando la preservación completa de la solución durante la síntesis hidrotérmica. Se calentó un reactor de acero con un vaso de teflón lleno de la mezcla de reacción durante 1 h a la temperatura de síntesis

_____ 20]_____

		requerida y luego se mantuvo a una temperatura de 373 a 453 K durante 2, 4 o 16 h.
Raza et al., 2023	Enforque químico de precipitación- reducción	Se disolvió AgNO ₃ 1 mM, en la oscuridad en una solución de CTAB lista (1mM) bajo agitación magnética a 1000 rpm y 25°C durante 90 min. Mientras tanto la tiourea (3mM) se disolvió en NaOH (4mM) bajo las condiciones de agitación mencionadas. Los líquidos se combinaron y se agitaron a 1000 rpm a 25°C durante 1 h. La mezcla se refluxó a 120°C durante 8 h. Los contenidos se centrifugaron a 13000 rpm durante 15 min, seguido se lavaron con agua destilada para eliminar cualquier rastro. Las nanopartículas de Ag ₂ S se secaron en horno a 30°C hasta obtener una masa constante.

1.6. MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN

1.6.1. Microscopia electrónica de transmisión (TEM)

Es un haz de electrones incidentes los cuales se transmite a través de una muestra de lámina delgada e interactúan con la muestra y se transforman en electrones no dispersos, dispersos elásticamente o dispersos inelásticamente. Los electrones se enfocan mediante lentes electromagnéticos y se proyectan en la pantalla generando una difracción de electrones, formando una imagen de contraste de fase o una imagen de contraste de amplitud, una imagen de contraste de fase o una imagen de sombra de oscuridad, según la densidad de electrones no dispersos (Chang Lin et al; 2014).

Es una herramienta de mucha importancia para la caracterización de nanopartículas. Esta caracterización nos da a conocer la morfología y estructura cristalina, así como la composición química. Esta información es proporcionada por medio de imágenes, difracción y análisis espectrofotómetro (Zhou et al., 2023).

1.6.2 Espectroscopia ultravioleta-visible (UV-Vis)

Es una caracterización que utiliza una luz con longitud de onda de 200 a 800 nm. Funciona por la radiación electromagnética y a absorción de la luz captada por los electrones en la superficie de la nanopartícula. Estos son los factores que invernen y dan como resultado vibraciones. La vibración causada por los electrones que están libres en las nanopartículas, al paso de la onda de luz producen bandas de absorción conocida como SPR (Zulfiqar et al., 2024). Al realizar esta caracterización se estudian las propiedades ópticas de las nanopartículas (Namakka et al., 2023).

El UV-Vis mide la transmitancia de la radiación electromagnética con longitudes de onda, a través de una muestra líquida. Los rangos UV-Vis abarcan el Ultravioleta, visible e infrarrojo. La medición de onda se da por la luz que atraviesa la celta de la muestra (Quevedo et al., 2021).

1.6.3. Difracción de rayos X (DRX)

Está técnica se basa en la incidencia de un rayo X monocromado sobre una muestra en forma de polvo distribuida. Los átomos de la muestra forman planos, a medida que muestra gira, el rayo

que incide se difracta en ángulos específicos (2θ) , en función a su composición y estructura cristalina (Silva & Medina., 2022). Se utiliza para investigar la composición fisicoquímica de materiales (Thakar et al., 2022).

Los rayos X tiene una longitud de onda entre 0.01 y 10 nm por este motivo, los rayos pueden pasar con facilidad en la estructura cristalina de cualquier sustancia y cuando sale, muestra las propiedades el material (Singh & Gupta, 2023).

1.6.4 Análisis termogravimétrico (TGA)

Esta prueba es de mediciones cualitativas. Se realiza con variaciones de temperatura las cuales permiten estudiar los cambios en la masa de una muestra en función d la temperatura. Este se utiliza para la identificación de la composición de las nanopartículas y para la evaluación de efectos aditivos y la estabilidad térmica y oxidativa (Rami et al., 2021).

El análisis TGA se utiliza una microbalanza de alta precisión que mide continuamente la masa de una muestra, mientras es sometida a un programa de temperatura dentro de un horno. Dicho programa puede incluir etapas de calentamiento, enfriamiento o mantenimiento a temperatura constante dependiendo del objeto del estudio. El sistema TGA se configura con una termobalanza (balanza y horno integrados), donde la muestra se sitúa en un plato suspendido, ya sea desde abajo, arroba o lateralmente. Un termopar cercano al plato registra la temperatura con precisión, mientras un gas de purga-oxidante, inerte o reductor, fluye sobre la muestra para evitar interferencias ambientales y controlar las condiciones de reacción (Saadatkhah et al., 2019).

1.6.5. Microscopia electrónica de trasmisión por barrido (SEM)

El SEM permite obtener información estructural y química con una alta resolución. La resolución se logra mediante el uso de un corrector de aberración esférica en el haz de electrones. El haz de electrones se enfoca y se escanea sobre la muestra. La imagen es generada midiendo la intensidad de los electrones transmitidos después de una interacción entre los electrones y la muestra (Esparza, 2020).

Autor	Tipo de síntesis	Tamaño de	Morfología	Caracterizaciones realizadas
	~	particula		
Subramaniyan et al., 2019	Reducción química	8 a 30 nm	Esférica	Espectroscopia UV-Vis Microscopia electrónica de transmisión (TEM) Difracción de electrones de área seleccionada (SAED)
Sadovnikov, 2019	Deposición hidroquímica	40 y 50 nm en soluciones coloidales no superaban los 20 nm por lo menos en 100 días	Esférica	TEM Microscopia electrónica de barrido (SEM) Análisis de Dispersión de Energía de Rayos X (EDX) Espectroscopia de Fluorescencia de Rayos X (XPS) Análisis de Superficie Específica (BET) Dispersión Dinámica de Luz (DLS)
Xue et al., 2019	Microemulsión inversa de un solo paso a temperatura ambiente	3 a 8 nm	Semiesférica	TEM Difracción de rayos X (XRD) UV-Vis
Magalhães et al., 2020	Síntesis por microondas	7 ± 3 5 ± 2	Esféricas	TEM XRD
Ma et al., 2020	Síntesis in-situ	90 nm Estructuras pequeñas: 25 a 40 nm	Estructura hexagonal	XRD TEM Microscopía electrónica de barrido de emisión de campo de alta resolución (HR- FESEM) Perfilometría de mapeo de superficie sin contacto (Micro XAM-3D)
Sharma et al., 2023	Enfoque químico húmedo	Puntos cuánticos de rango de 8 a 12 nm	Esférica	XRD TEM Espectroscopia de fotoluminiscencia (PL) Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)
Ibrahaim et al., 2023	Síntesis química	3 a 4 nm	Esféricas	FTIR XRDEDSTEM DLS
Sadovnikov, 2023	Síntesis hidrotermal	500 y 2000 nm	Paralelepípedo s rectangulares y cubos con bordes lisos	XRD SEM EDS

Tabla 2. Resultados obtenidos de las caracterizaciones realizadas de l	los estudios de la Tabla 1.
--	-----------------------------

Raza et al., 2023	Enforque químico de precipitación/reducci ón	50 ± 5 nm	Esféricas y morfología irregular	UV-Vis SEM DLSXRD FTIR
-------------------	--	-----------	--	---------------------------------

1.7. Fotocatálisis

La fotocatálisis es un proceso que ha surgido como una tecnología usada para la degradación de contaminantes orgánicos. Este proceso consiste en el uso de luz para la activación de un fotocatalizador y facilitar las reacciones de reducción-oxidación (redox) para la reducción de contaminantes (Etefa et al., 2024). El fotocatalizador transforma la luz en energía química, crea radicales hidroxilos como un subproducto. Los hidroxilos interactúan con los contaminantes (Ullah et al., 2023).

CAPÍTULO II.

2. METODOLOGÍA

2.1. Planteamiento del problema

El proceso de síntesis de sulfuro de plata ha sido estudiado por la aplicación de este compuesto en diversas áreas. Sin embargo, este proceso presenta desafíos y limitaciones. Cada método tiene sus propias condiciones y parámetros de control, lo que puede influir en a la calidad y a las propiedades de este nanomaterial. Es importante el desarrollar métodos de síntesis que sean reproducibles, esto implica la optimización de los procesos de síntesis para lograr grandes rendimientos, así como enfatizar las condiciones de altas temperaturas post tratamiento (200 a 400°C) y tiempos largos de reacciones.

2.2. Justificación

Debido a las múltiples formas de sintetizar sulfuro de plata, así como la diversidad de características morfológicas y funcionales que este material puede presentar, se busca llevar a cabo una optimización de la reacción, variando las condiciones de experimentación. La capacidad de controlar y ajustar las condiciones de síntesis es fundamental para valorar los parámetros como tamaño, distribución, estabilidad y eficacia, para poder ser aplicadas en diferentes campos.

Al realizar esta optimización también se busca una reducción de costos y la mejora de rendimiento de las nanopartículas de sulfuro de plata.

Por este motivo se exploró la influencia de las diferentes variables, como el ambiente de síntesis, solución de reacción, el uso de ultrasonido y el agregar un agente ligante (polietilen glicol, PEG), forma de secado. Para buscar las mejores características fisicoquímicas de las nanopartículas sintetizada bajo condiciones variables.

2.3. Hipótesis

Se plantea la hipótesis de que las nanopartículas de sulfuro de plata sintetizadas bajo condiciones controladas, es decir en cámara de guantes y condiciones anhidras, presentarán características morfológicas y estructurales mejoradas en comparación con aquellas nanopartículas sintetizadas en condiciones de medio ambiente y en soluciones acuosas.

2.4. Objetivo General

Determinar las condiciones óptimas de síntesis de sulfuro de plata a través de una síntesis asistida con ultrasonido con la finalidad de obtener nanopartículas para evaluar sus propiedades fotocatalíticas.

2.5. Objetivos específicos

- Sintetizar nanopartículas de sulfuro de plata variando las condiciones de reacción (ambiente nitrógeno, agente ligante, medio acuoso o metanol) con y sin ultrasonido.
- Determinar las propiedades morfológicas, estructurales y de absorción de las nanopartículas de sulfuro de plata.
- Evaluar las propiedades fotocatalíticas a través de la degradación de un colorante de naranja de metilo en medio acuoso del sulfuro de plata sintetizado con metanol.

2.6. Diseño de estudio

Población de estudio: Nanopartículas de sulfuro de plata acantita

Tipo de estudio: experimental puro

Tamaño de muestra:

- Ocho grupos de síntesis de nanopartículas de sulfuro de plata en condiciones de atmosfera nitrógeno y usando ultrasonido (UT).
- Dos grupos de síntesis de nanopartículas de sulfuro de plata en condiciones de atmosfera nitrógeno sin el uso de ultrasonido.
- Dos grupos síntesis de nanopartículas de sulfuro de plata en condiciones medio ambiente y usando ultrasonido.
- Dos grupos de síntesis de nanopartículas de sulfuro de plata en condiciones medio ambiente sin uso de ultrasonido.

2.7. Criterios de elegibilidad

Criterios de inclusión:

• Síntesis de nanoestructuras de sulfuro de plata realizada con los precursores de reacciones descritos en la Tabla 3.

Criterios de exclusión:

• Síntesis en las cuales se utilizaron otros precursores para la obtención de sulfuro de plata.

• Síntesis en las cuales se usaron otras frecuencias de ultrasonido que no fuera 0, 42 u 80 kHz.

Criterios de eliminación:

Síntesis con reactivos (precursores) contaminados.

2.8. Variables de estudio

Variables independientes

Variable	Definición conceptual	Definición operacional	Naturaleza de la variable	Escala o nivel de medición	Unidad de medida/Función dentro de la investigación
Frecuencia de ultrasonido	Manifestación física correspondiente a una vibración mecánica (onda), transmitida a través de un medio elástico siguiendo una determinada frecuencia (número de ciclos u oscilaciones que realiza la vibración en un tiempo determinado) (Grudner, 2023).	Se utilizó en 0 kHz, 42 kHz y 80 kHz.	Cuantitativa, discreta	Razón	kHz
Solución (disolvente) de reacción	Los disolventes son materiales auxiliares que juegan un papel importante en la producción y la síntesis química. (Ingold et al., 2016).	Metanol Anhidro Medio acuoso (agua)	Cualitativa, dicotómica	Nominal	Adimensional
Agente ligante	Iones o moléculas polares que presentan al menos un par de electrones de valencia no compartidos, que pueden actuar como bases de Lewis (Torri et al., 2017).	Con o sin agente ligante (PEG)	Cualitativa, dicotómica	Nominal	Adimensional

Variables dependientes

Variable	Definición conceptual	Definición operacional	Naturaleza de la	Escala o nivel de	Unidad de medida/Función
			variable	medición	dentro de la
					investigación
Morfología	Ciencia que se trata sobre la	Se observaron	Cualitativa	Nominal	Adimencional
	estructura del organismo	mediante			
	(Rosell, et al., 2005).	imágenes			
		TEM			
Tamaño de	Escala nanométrica que va	Se obtuvieron	Cuantitativa	Intervalo	Nm
nanoestructura	desde 1 hasta 100	mediante			
	nanómetros (Medica et al.,	imágenes			
	2015).	TEM			

Propiedades	Propiedad de un material	Se analizo la	Cuantitativa	Intervalo	% / tiempo (min)
Propiedades fotocatalíticas	Propiedad de un material sólido inducida por la irradiación de fotones con energía igual o superior a la energía de la banda prohibida del material en su superficie, lo que provoca que los e de la banda de valencia se exciten hacia la banda a de conducción y dejen huecos en la primera. De esta manera, se generen pares e'-h ⁺ llamados excitones, que posteriormente pueden aprovecharse para llevar a cabo reacciones redox	Se analizo la propiedad fotocatalítica del Ag ₂ S, mediante un reactor y luz UV. Para determinar qué % de degradación de naranja de metilo, en intervalos de tiempo.	Cuantitativa	Intervalo	% / tiempo (min)
	(Navárez-Martínez et al., 2017).				

CAPÍTULO III.

3. MATERIALES Y MÉTODOS

En la **Tabla 3** se presentan los materiales, reactivos y equipos utilizados en la síntesis de las nanoestructuras de sulfuro de plata y para la evaluación fotocatalítica de las nanoestructuras.

Materiales	Reactivos	Equipos	
Síntesis de nanestructuras de sulfuro de plata			
3 vasos de precipitado 20 ml	Citrato de sodio Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇	Cámara de guantes con ambiente de nitrógeno	
1 vaso de precipitado 1000 ml	Nitrato de plata AgNO ₃	Balanza analítica (Traveler)	
2 matraz aforado de 50 ml	Sulfuro de sodio Na2S	Centrifuga (Cole-Parmer)	
1 matraz aforado de 100 ml	Polietilenglicol (PEG)	Ultrasonido (Branson 2510)	
3 espátulas de cementos	Metanol Anhídrido CH ₃ OH	Parrilla Electrica (IKA C-MAG HS 7)	
3 varillas de vidrio	Agua destilada	DAIGGER Vortex-Genie 2	
1 matraz Erlenmeyer de 250 ml	Dimetilsulfóxido	Balanza analítica (Denver instrument)	
6 tubos de ensayo de plástico de 15 ml		Horno (memmert)	
Micropipetas calibradas (Pipetman gilson)	Agua desionizada		
Evaluación fotocatalítica de nanestructuras de sulfuro de plata			
Agitador magnético	Agua desionizada	Lámpara UVC (10W)	
	Naranja de metilo	Reactor de vidrio	
		Ultrasonido (Elmasonic P)	
		Centrifuga Thermo Scientific CL	

Tabla 3. Materiales, reactivos y equipos.

Se realizaron diferentes síntesis variando el medio de solución en el que se lleva a cabo la reacción, así como las condiciones y parámetros de síntesis (Tabla 4).

No.	Grupos de síntesis	Ambiente nitrógeno
1	Ag ₂ S-OH/UT	Metanol anhidro (99.5%, Karal)
		Ambiente de nitrógeno (mencionar la pureza)
		Ultrasonido (42 KHz)
2	Ag ₂ S-OH-PEG/UT	Metanol anhidro (99.5%)
		Ambiente nitrógeno
		Polietilenglicol (100%, Aldrich)
		Ultrasonido (42 KHz)
3	Ag ₂ S-OH/UT/ Horno (doble cantidad de	Metanol anhidro (99.5%)
	OH)	Ambiente nitrógeno
		Ultrasonido (42 kHz)
4	Ag ₂ S-OH-PEG/UT/Horno (doble cantidad	Metanol anhidro (99.5%)
	de OH)	Ambiente nitrógeno
		Ultrasonido (42 kHz)
5	Ag_2S -OH/UT (80 kHz)	Metanol anhidro (99.5%)
		Ambiente nitrógeno
		Ultrasonido (80 kHz)
6	Ag ₂ S -OH-PEG/UT (80 kHz)	Metanol anhidro (99.5%)
		Ambiente nitrógeno
		Polietilenglicol (100%)
L		Ultrasonido (80 kHz)
7	Ag ₂ S-OH/UT (80 kHz)/Horno	Metanol anhidro (99.5%)
		Ambiente nitrógeno
		Ultrasonido (80 kHz)
8	Ag ₂ S-OH-PEG/UT (80 kHz)/Horno	Metanol anhidro (99.5%)
		Ambiente nitrógeno
		Polietilenglicol (100%)
		Ultrasonido (80 KHZ)
9	Ag ₂ S-OH	Metanol anhidro (99.5%)
10		Ambiente nitrogeno
10	Ag ₂ S-OH-PEG	Metanol anhidro (99.5%)
		Ambiente nitrogeno
11		Polietilenglicol (100%)
11	Ag_2S-H_2O/UI	Agua destilada
10		Ultrasonido (42 KHZ)
12	Ag ₂ S-H ₂ O-PEG/UI	Agua destilada
		Poneulengneoi (100%)
12		Ultrasomido (42 KHZ)
13	Адар-Па	Agua destilada
14	Ag ₂ S-H ₂ O-PEG	Agua destilada
		Polietilenglicol (100%)

Tabla 4. Variación de los parámetros con los cuales se realizaron cada grupo de síntesis, en medio de metanol anhidro y medio acuoso.

A continuación, se describirán cada uno de los procedimientos de las síntesis realizadas en medio de metanol anhidro y en medio acuoso.

3.1. SÍNTESIS DE SULFURO DE PLATA CON SOLVENTE METANOL ANHIDRO

En la Figura 4 se presentan los grupos de síntesis que se realizaron en medio anhidro y en ambiente de gas nitrógeno dentro de una cámara de guantes. En total se realizaron 6 síntesis variando la frecuencia de ultrasonido, así como del agente ligante de Polietilenglicol.



Figura 4. Diagrama de síntesis realizadas con metanol anhidro en ambiente nitrógeno y la variación de parámetros (Fuente propia).

En la Figura 5, se presenta el esquema de los pasos que involucra todo el proceso de síntesis, desde el pesado de los reactivos y mezcla de soluciones dentro de la cámara de guantes en ambiente de nitrógeno, proceso de reacción, lavado, secado y almacenamiento del producto resultante.



Figura 5. Proceso de síntesis con solvente metanol realizada en cámara de guantes. (Fuente propia)

3.1.1. Síntesis de sulfuro de plata utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido.

Reactivos utilizados:

- Citrato de sodio (Na₂C₆H₅O₇) Marca Karal. Lote: 25738
- Nitrato de plata (AgNO₃) Marca Karal Lote: 31177
- Sulfuro de sodio (Na₂S) Marca Karal. Lote: 33725

Pesado de reactivos y proceso de reacción: La reacción para obtener las nanopartículas síntesis de sulfuro de plata se realizó en cámara de guantes, con ambiente de nitrógeno. La cámara de guantes fue purgada con ciclos de vacío para posteriormente agregar nitrógeno (repitiendo este procedimiento de dos a tres veces). Dentro de la cámara de guantes se realizaron las siguientes soluciones con los reactivos ya mencionados:

- Citrato de sodio. Se pesaron 0.516g en la balanza analítica en un vaso de precipitado de 20 ml, se agregó una pequeña cantidad de metanol anhidro y con ayuda de una varilla de vidrio se disolvió. Posterior a esto, se vertió a un matraz aforado de 50 ml y se aforo con metanol anhidro.
- Nitrato de plata. Se pesaron en balanza analítica 1.696g en un vaso de precipitado de 20 ml. Se agregaron algunos mililitros de metanol anhidro y se disolvió con ayuda de una

varilla de cristal. Esta solución se vertió en un matraz aforado de 50 ml y se aforó con metanol anhidro.

• Sulfuro de sodio. Se pesaron en la balanza analítica 0.780 g en un vaso de precipitado de 20 ml se disolvió con una cantidad de metanol anhidro y disolviendo con una varilla de cristal. Se vertió en un matraz aforado de 100ml y se aforó con metanol anhidro.

Las soluciones obtenidas se adicionaron a un matraz Erlenmeyer de 250ml, cubierto con papel aluminio y se colocó un tapón de hule para evitar que tuviera contacto con oxígeno cuando se retiró de la cámara de guantes (Figura 6).



Figura 6. Material en cámara de guantes (Fuente propia).

El matraz con la mezcla se pone en ultrasonido a 42 KHz por 2 horas (Figura 7) y se deja reposar en un lugar oscuro por 18 horas.



Figura 7. Matraz en ultrasonido (Fuente propia).

Lavado del producto de sulfuro de plata: Pasadas las horas de reposo. Se realizó un prelavado, para el cual se decantó el sobrenadante del matraz en un vaso de precipitado de capacidad de 2000 ml. Las nanopartículas que quedaron en el matraz se dividierón en partes iguales en 6 tubos de ensayo de plástico de 15 ml y se colocaron en la centrífuga (Cole-Parmer) durante 10 min a 3400 rpm.

Para el lavado, el contenido de los tubos se re-suspende con agua destilada y metanol (50%- 50% en volumen) en la misma cantidad. Se coloca en la centrífuga (Cole-Parmer) a 3400 rpm por 10 minutos (Figura 8). Se repite este procedimiento durante 10 veces o hasta que el sobrenadante se observe claro.



Figura 8. Proceso de lavado de la síntesis de nanopartículas de sulfuro de plata. Imagen (A) acomodo de los tubos en la centrifuga. Imagen (B) Comparación de un tuvo son sobrenadante cristalino y un tuvo con nanopartículas re-suspendidas

Secado del producto de sulfuro de plata: Después del lavado se vierte el contenido de los 6 tubos en un vaso de precipitado previamente pesado y se pone a secar en la parrilla eléctrica a 85° C por 3 horas (Figura 9).



Figura 9. Secado en parrilla de las nanopartículas de sulfuro de plata (Ag₂S).

Triturado del producto de sulfuro de plata: El producto secado se coloca en un mortero ágata y se tritura con movimientos circulares por dos minutos (figura 10). Se obtendrá un polvo negro fino el cual se resguarda de la luz en un tubo Eppendof cubierto con aluminio.



Figura 10. nanopartículas colocadas en mortero ágata antes de ser trituradas (Fuente propia)

3.1.2. Síntesis de sulfuro de plata con PEG utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno y con ultrasonido.

Proceso de reacción: Para la síntesis de nanopartículas de sulfuro de plata con polietilenglicol (PEG), se prepararon las mismas soluciones, bajo las mismas condiciones de ambiente. Pero se agregaron 400 μ L de PEG y las soluciones fueron agregadas al matraz en el siguiente orden:

- 1. Citrato de sodio (Na₂C₆H₅O₇)
- 2. Nitrato de plata (AgNO₃)
- 3. Polietilenglicol (PEG)
- 4. Sulfuro de sodio (Na₂S)

El matraz se cubrió con aluminio y con un tapón de hule. Se puso en sonicación fuera de cámara de guantes a 42 kHz por 2 horas. Pasando las dos horas en ultrasonido, se puso a reposar en un lugar oscuro por 18 horas para continuar con el lavado y secado como fue descrito en la síntesis anterior.

Prelavado y lavado de producto: Se realiza un prelavado decantando el sobrenadante en un vaso de 2000 ml. El contenido precipitado en el matraz se reparte en 6 tubos falcón de 15 mil y se coloca en la centrifuga (Cole-Parmer) en un ciclo de 10 minutos.
Para los lavados se realizan con 50% de agua y 50% de metanol (en volumen) re-suspendiendo las nanopartículas que quedaban en el tubo falcón con ayuda de vortex, y se colocan en ciclos de centrifugado de 10 min a 3400 rpm. Este proceso de repiten aproximadamente 10 veces o hasta que el sobrenadante de observe cristalino.

Secado y pesado de producto: Para el secado de esta síntesis se realizó en un vaso de precipitado previamente pesado y etiquetado en el horno (memmert) a una temperatura de 65°C durante 36 horas. Pasada esas horas, se procedió a pesar el vaso para sacar la cantidad en gramos de nanopartículas. El contenido del vaso se colocó en el mortero ágata para ser triturado durante 2 minutos. El producto obtenido se colocó en un tubo Eppendorf cubierto con aluminio.

3.1.3. Síntesis de sulfuro de plata utilizando metanol anhidro (en doble cantidad) en ambiente de nitrógeno con ultrasonido.

El proceso de reacción para este grupo se realizó bajo las mismas condiciones descritas anteriormente en la sección 3.1.1. Pero, las soluciones se prepararon en una cantidad doble de metanol anhidro. Es decir, para la solución de citrato de sodio se realizó en un matraz de 100 ml, para nitrato de plata se realizó con 100 ml y metanol anhidro y la solución de nitrato de sodio se realizó en un matraz con 200 ml de solución.

El prelavado y lavado se realizó con el ciclo de lavados con metanol y agua 50%-50% descrito en protocolo ya descrito arriba. El secado de este grupo de sulfuro de plata se secó en horno (Memmert) a una temperatura de 65°C durante 36 horas. El pesado de las nanoestructuras se realizó en un vaso de precipitado previamente pesado.

3.1.4. Síntesis de sulfuro de plata Ag₂S con PEG utilizando metanol anhidro (en doble cantidad) en ambiente de nitrógeno con ultrasonido.

Esta reacción de síntesis se realizó de la misma manera descrita en el punto la sección 3.1.2, usando doble cantidad de metanol anhidro, con la misma cantidad en gramos de los reactivos.



Figura 11. Temperatura inicial del ultrasonido (Branson 2510) antes de iniciar el ciclo de dos horas de ultrasonido (24°C). Temperatura final del ultrasonido al terminar el ciclo de dos horas a 42 kHz (50°C) (Fuente propia).

Prelavado y lavado de nanopartículas: en la figura 12 se muestran los matraces antes de realizar el proceso de lavado. Se realiza el prelavado y lavado de las nanopartículas como se describió en la síntesis anterior.



Figura 12. Matraces correspondientes a la síntesis con doble cantidad de OH antes de realizar los lavados (Fuente propia).

Secado y pesado de producto: Para el secado y el pasado del producto que se obtuvo de esta reacción de síntesis se realizó de la misma manera descrito en la sección 3.1.2.

3.1.5. Síntesis de sulfuro de plata Ag₂S utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido a 80 KHz.

El proceso de reacción de síntesis se llevó a cabo utilizando el procedimiento descrito en la sección 3.1.1. una vez terminado el proceso de reacción de la cámara de guantes, el matraz cubierto con aluminio y tapado se colocó en el ultrasonido (Elmasonic P) con una frecuencia de 80 kHz y una temperatura inicial de 22°C durante dos horas. Pasadas las dos horas la temperatura del ultrasonido fue de 49°C (figura 13). El matraz fue colocado en un lugar oscuro durante 18 horas. El proceso de prelavado y lavado se realizó como ya se ha descrito anteriormente.

El secado de las nanopartículas de realizó en una parrilla a 85°C durante 3 horas, pasando el tiempo de secado se pesa siguiendo el procedimiento que ya describió. Para su posterior triturado y almacenado en un tubo Eppendorf cubierto con papel aluminio.



Figura 13. Temperatura inicia del ultrasonido (22°C) temperatura del ultrasonido al pasar una hora (38°C) y temperatura final del ultrasonido al terminar el ciclo de 2 horas de sonicado (49°C) (Fuente propia).

3.1.6. Síntesis de sulfuro de plata Ag₂S con PEG utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido a 80 KHz.

Las soluciones se preparan dentro de la cámara de guantes en ambiente nitrógeno con el procedimiento descrito la sección 3.1.2. Posterior al retirar el matraz de la cámara de guantes, se colocó en el ultrasonido (Elmasonic P) a 80 kHz y se colocaron en un lugar oscuro durante 18 horas. El lavado y el prelavado de la síntesis se realizó con el procedimiento ya descrito.

El secado se realizó como el procedimiento ya descrito en la sección 3.1.1. para su posterior pesado, triturado y almacenado como ya se ha descrito en secciones anteriores.

3.1.7. Síntesis de sulfuro de plata Ag₂S utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido a 80 kHz y secado en horno.

El proceso de reacción se llevó acabo de la misma manera descrita en la sección 3.1.1. Posterior al trabajo dentro de la cámara de guantes se colocó el matraz en el ultrasonido (Elmasonic P) durante un lapso de 2 horas. Posteriormente se dejó en reposo, para continuar con el ciclo de lavado ya descrito.

El secado se realizó en el horno secado, triturado y almacenamiento de las nanopartículas (memmert) durante 36 horas a una temperatura de 65°C (Figura 14). Una vez pasado el tiempo de secado se pesa el producto y se almacena.



Figura 14. Nanopartículas de Ag₂S en Horno (memmert) para realizar el secado a 65°C durante 36 horas (Fuente propia).

3.1.8. Síntesis de sulfuro de plata Ag₂S con PEG utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido a 80 kHz y secado en horno.

Para la realización de esta síntesis se realiza con el procedimiento realizado en la sección 3.1.2. Posterior al procedimiento de reacción se colocó el matraz con el contenido de la reacción en el ultrasonido (Elmasonic P) a una frecuencia de 80 kHz.

Pasadas las horas de reposo. Se realiza un prelavado. Para el secado se vierten el contenido de los 6 tubos en un vaso de precipitado pequeño previamente pesado y etiquetado. Se colocan en el horno (memmert) durante 36 horas a una temperatura de 65°C. Posterior al secado se pesa, tritura y almacena con el procedimiento ya descrito.

3.1.9. Síntesis de sulfuro de plata utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno sin ultrasonido.

Para realizar este tipo de síntesis se realiza dos grupos de estudio los cuales son:

- Ag₂S-OH
- Ag₂S-OH-PEG

El proceso de reacción para el grupo Ag₂S-OH se llevó a cabo con los mismos precursores ya descritos y el procedimiento descrito en la sección 3.1.1

El proceso de reacción para el grupo de Ag_2S -OH-PEG se llevó a cabo con los mismos precursores y protocolo descrito en la sección 3.1.2.

En estos grupos no se utilizó el ultrasonido por lo cual terminada la reacción se colocó en reposo durante 18 horas.

Para realizar el prelavado y el lavado se realiza el procedimiento ya descrito en las síntesis anteriores de la sección. (Figura 15)





El secado se realizó en la parrilla eléctrica a 85°C por un lapso de 3 horas, posterior al lavado y prelavado realizado. Para continuar con el pesado, triturado y almacenado de las nanoestructuras con el procedimiento ya mencionado.

3.2 SÍNTESIS DE SULFURO DE PLATA CON SOLVENTE AGUA DESTILADA

En la Figura 16 se presentan los grupos de síntesis que se realizaron en medio acuoso. En total se realizaron 4 síntesis a 42 kHz, así como agregando el agente ligante de Polietilenglicol.



Figura 16. Diagrama de grupos de síntesis realizados con agua destilada en temperatura ambiente y variando condiciones.

En la Figura 17, se presenta el esquema de los pasos que involucra todo el proceso de síntesis, desde el pesado de los reactivos y mezcla de soluciones, proceso de reacción, lavado, secado y almacenamiento del producto resultante.



Figura 17. Fase experimental de las síntesis en medio acuoso (Fuente propia).

3.2.1. Síntesis de nanopartículas de sulfuro de plata con agua y ultrasonido

Proceso de reacción: Se realiza la síntesis en medio ambiente y utilizando agua destilada como medio de reacción (figura 18). Se realizan las siguientes soluciones:

- Citrato de sodio (Na₂C₆H₅O₇). Se pesaron 0.516 g en la balanza analítica en un vaso de precipitado de 20 ml, se agregó una pequeña cantidad de agua destilada se disolvió y se aforó en un matraz de 50 ml.
- Nitrato de plata. Se pesaron en balanza analítica 1.696 g en un vaso de precipitado de 20 ml. Se agregaron algunos mililitros de agua y se disolvió con ayuda de una varilla de cristal, se aforó con agua destilada en un matraz de 50 ml.
- Sulfuro de sodio. Se pesaron en la balanza analítica 0.780 g en un vaso de precipitado de 20 ml el cual se disolvió con ayuda de una varilla de cristal en agua destilada. Posteriormente se aforó en un matraz de 100ml.

El un matraz etiquetado se cubrió con aluminio y se vertieron las soluciones en el orden de preparación y se colocó un tapón de hule al matraz y se colocó en el ultrasonido durante 2 horas a una frecuencia de 42 kHz. Pasadas las 2 horas, se resguardo el matraz de la luz y se dejó reposar por 18 horas.



Figura 18. Material utilizado para realizar síntesis de sulfuro de plata fuera de la cámara de guantes y utilizando agua (fuente propia).

Prelavado y lavado: Se realiza el prelavado del producto decantando el sobrenadante de la síntesis en un vaso de 2000 ml. El producto que queda después de la decantación se reparte en 6 tubos previamente codificados (dependiendo de la síntesis) y se coloca en la centrífuga durante 10 min. Posterior al prelavado se comienzan los lavados con 50% agua destilada y 50 % metanol. Resuspendiendo el contenido de los tubos con ayuda de vortex. Se colocan en la centrífuga (Cole-Parmer) a 3400 rpm por 10 minutos. Se repite este procedimiento durante 10 veces o hasta que el sobrenadante se observe claro.

Secado y pesado de nanopartículas: El contenido de los tubos se coloca en un vaso de precipitado previamente pesado y etiquetado, luego se somete a un al proceso de secado en una parrilla eléctrica a 85°C por 3 horas.

Posterior al secado de las nanopartículas el vaso se pesa nuevamente para obtener la cantidad total del producto sintetizado (g). El contenido del vaso se pulveriza en un matraz de ágata durante 2 minutos en movimientos circulares. El contenido pulverizado se coloca en un tubo Eppendorf cubierto con aluminio y se almacena en un lugar oscuro.

3.2.2. Síntesis de sulfuro de plata con PEG utilizando agua y ultrasonido

Proceso de reacción: Se realizaron las mismas soluciones, en medio acuoso. Pero se agregaron 400 μ L de PEG y las soluciones se agregaron al matraz previamente cubierto con aluminio en el siguiente orden:

- 1. Citrato de sodio $(Na_2C_6H_5O_7)$
- 2. Nitrato de plata (AgNO₃)
- 3. PEG
- 4. Sulfuro de sodio (Na₂S)

El un matraz cubierto con aluminio se vertieron las soluciones en el orden de preparación y se colocó un tapón de hule en el matraz asurándolo con Parafilm para evitar que el matraz se destape durante el proceso de ultrasonido el cual se lleva durante 2 horas en el ultrasonido a 42 KHz. Posteriormente, el matraz es resguardado de la luz durante 18 horas.

Prelavado y lavado de las nanopartículas: El prelavado y lavado se realizó con el procedimiento descrito en la síntesis anterior.

Secado y pesado de nanopartículas: El secado y pesado de las nanopartículas se realizó como se menciona en la sección 3.2. Para posteriormente almacenarlo en un tubo Eppendorf cubierto con aluminio y guardado en un lugar oscuro.

3.2.3. Síntesis de nanopartículas de sulfuro de plata con agua sin ambiente de nitrógeno y sin ultrasonido

Para el proceso de reacción se realizaron las soluciones ya descritas en medio acuoso (agua destilada). Una vez preparadas las soluciones se vierten en un matraz de 250 ml cubierto con papel aluminio en el orden en el que se prepararon. El matraz se deja en un lugar oscuro por 18 horas, ya que este grupo de síntesis no se utilizó el ultrasonido.

Los procesos de prelavado y lavado se realizaron siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.1. Al igual que el secado, pesado y almacenado de las nanopartículas de sulfuro de plata se realizó como el procedimiento descrito en esa sección 3.2.1

3.2.4. Síntesis de sulfuro de plata con PEG con agua destilada sin ambiente de nitrógeno y sin ultrasonido

Proceso de reacción: Se realizaron las mismas soluciones, en medio acuoso con el procedimiento descrito en la sección 3.2.3. Una vez realizada la reacción se dejó en reposo 18 horas ya que este grupo se síntesis no se utilizó el ultrasonido.

El prelavado, lavado, secado y pesado se realizaron con el procedimiento descrito en la sección 3.2.1.

3.3 CARACTERIZACIONES

3.3.1 Difracción de rayos X

La difracción de rayos X se realizó en un difractómetro modelo: D2 PHASER. Marca: Bruker, Cuenta comuna geometría Bragg-Brentano, tubo de Cu 1.54184 [A°], detector LYNXEYE (figura 19).

Usa el software DIFFRAC.SUITE (herramienta de alto rendimiento para la caracterización de fases cristalinas). El rango de 2θ es de 5° a 140°. Las muestras para analizar pueden ser polvos y sólidos (40mm*15mm*4mm).



Figura 19. Difractómetro modelo D2 PHASER. difractómetro utilizado para caracterizaciones DRX de los grupos de nanopartículas sintetizados (Fuente Centro Investigación de la óptica, León; Gto).

3.3.2. Espectroscopia UV-VIS

De uno de los tubos usados para lavado, en su último lavado se lavó solo con agua destilada. Se re-suspendieron las nanoestructructuras con vortex y del sobrenadante se tomaron 300 μ L con ayuda de una micropipeta y se colocaron en una cubeta de cuarzo. En el resto de la cubeta se colocó

agua destilada. La cubeta se colocó en el equipo de espectrofotómetro de UV- Visible Mutistak GO (Thermo scientific).

3.3.3. Imágenes TEM

Para la preparación de las celdas TEM. Se realizaron de dos formas. La primera forma, usada para los primeros dos grupos se realizaron con dos solventes dimetilsulfóxido (DMSO) y Etanol (OH). En el cual, en viales separados se colocó una pequeña cantidad de nanopartículas en un mililitro de solución y se sonicaron durante 20 min. Posteriormente con ayuda de micropipeta calibradas (Pipetman gilson), se tomaron 30 μ L y se colocó una gota en la celdilla TEM y dejar que se secará para almacenarla en una caja porta rejillas Tem. Las otras muestras se prepararon con 50% agua y 50% etanol, en un vial se coloca una cantidad pequeña demuestra y se pone un ml de solución de agua y etanol. Estos viales se sonicaron por 2 h. La solución ya sonicada se tomaron 30 μ L con ayuda de una micropipeta y se colocó una gota en la celdilla TEM.

CAPITULO IV

4.. FOTOCATÁLISIS

La realización de la función fotocatalítica de las nanopartículas se tomaron los grupos que se sintetizaron con OH en condiciones anhidras, los cuales fueron:

- Con uso de agente ligante (PEG)
- Ag₂S-OH-PEG/UT (42 kHz)
- Ag₂S -OH-PEG/UT (80 kHz) secado en parrilla
- Ag₂S-OH-PEG
- Sin uso de agente ligante (PEG)
- Ag_2S -OH/UT (42 kHz)
- Ag₂S -OH/UT (80 kHz) secado en horno
- Ag₂S-OH

Se realizó una solución con 0.002g de naranja de metilo (Karal 7016) en un litro de agua desionizada, En un reactor cubierto con aluminio se colocan 350 ml de la solución de naranja de metilo y se colocan 0.1g de las nanopartículas, se coloca una fuerte de luz UVC a 10 W. Se deja en agitación constante con ayuda de un agitador magnético (figura 20). Se tomaron siete muestras de reactor cada 15 min (figura 21).



Figura 20. Reactor cubierto con aluminio en reacción fotocatalítica de naranja de Metilo con agente catalizador de Ag₂S (fuente propia).

La primera medición se tomará a los 0 min antes de colocar las nanopartículas (solución madre de naranja de metilo). La segunda se tomará a los 15 minutos posteriores de agregar las nanopartículas sin prender la luz UVC colocada en el reactor (catalizador sin luz). Las siguientes 5 mediciones restantes se harán en un lapso de 15 minutos cada una de ellas. Una vez teniendo las soluciones se centrifugan a 4000 rpm en la centrifuga Thermo Scientific CL 10 por un periodo de 5 minutos.

Posterior al centrifugado se toma mediciones UV-Vis en el espectrofotómetro MULTISKAN GO. Para posteriormente graficar los resultados en el programa Origin-Lab.



Figura 21. Toma de muestra de naranja de metilo en los intervalos de tiempo establecidos (fuente propia).

CAPÍTULO 5

5. RESULTADOS

5.1. RESULTADOS DEL PRODUCTO DE SULFURO DE PLATA CON METANOL ANHIDRO

Tabla 5. Grupos de síntesis de sulfuro de plata en medio de metanol anhidro, variando la frecuencia de ultrasonido (42 kHz y 80 kHz), el tipo de secado (en Parrilla y en Horno), duplicando el volumen de metanol a 42 kHz y sin ultrasonido. En cada grupo se realizó con y sin polietilenglicol.

No.	Grupo de síntesis	Condiciones de síntesis	Observaciones	Cantidad de Producto obtenido (g)	Muestra en solución
1	Ag ₂ S- OH/UT	CH ₃ -OH N ₂ 42 KHz Secado en Parrilla	Sobrenadante cristalino Dificultad al retirarlas de tubo para su lavado Producto negro brillante	0.4001g	
2	Ag ₂ S-OH- PEG/UT	CH ₃ -OH PEG N ₂ 42 KHz Secado en Horno	Sobrenadante cristalino Dificultad al retirarlas de tubo para su lavado Producto negro brillante	0.4630g	
3	Ag ₂ S- OH/UT/ Horno (doble cantidad de OH)	CH ₃ -OH volumen doble N ₂ 42 KHz Secado en Parrilla	Sobrenadante cristalino Dificultad al retirar el producto del tubo para lavarlo ya que se quedaron adheridas en las paredes++ Producto color negro Temperatura inicial de ultrasonido: 25°C Temperatura final de ultrasonido: 50°C	0.4411 g	

4	Ag ₂ S-OH- PEG/UT/H orno (doble cantidad de OH)	CH ₃ -OH volumen doble PEG N ₂ 42 KHz Secado en Parrilla	Sobrenadante cristalino Dificultad al retirar el producto del tubo para lavarlo ya que se quedaron adheridas en las paredes++ Producto color negro Temperatura inicial de ultrasonido: 25°C Temperatura final de ultrasonido: 50°C	0.5277 g	
5	Ag ₂ S- OH/UT (80 KHz)	CH ₃ -OH N ₂ 80 KHz Secado en Parrilla	Sobrenadante cristalino Dificultad al retirar el producto del tubo para lavarlo ya que se quedaron adheridas en las paredes+ Producto color negro Temperatura inicial del ultrasonido: 22°C Temperatura final del ultrasonido: 49°C	0.5562g	
6	Ag ₂ S-OH- PEG/UT (80 KHz)	CH ₃ -OH PEG N ₂ 80 KHz Secado en Parrilla	Sobrenadante cristalino Dificultad al retirar el producto del tubo para lavarlo ya que se quedaron adheridas en las paredes++ Producto color negro Temperatura inicial del ultrasonido: 22°C Temperatura final del ultrasonido: 49°C	0.7797g	
7	Ag ₂ S- OH/UT (80 KHz)/Horn o	CH ₃ -OH N ₂ 80 KHz Secado en Horno	Sobrenadante cristalino Dificultad al retirar el producto del tubo para lavarlo ya que se quedaron adheridas en las paredes+ Producto color negro Temperatura inicial del ultrasonido: 22°C Temperatura final del ultrasonido: 49°C Temperatura inicial del matraz: 21.1°C Temperatura final del matraz: 31°C	0.5609 g	
8	Ag ₂ S-OH- PEG/UT (80 KHz)/Horn o	CH ₃ -OH PEG N ₂ 80 KHz Secado en Horno	Sobrenadante con partículas Requirió 2 prelavados Dificultad al de retirar el producto del tubo para lavarlo ya que se quedaron adheridas en las paredes++ Producto color negro Temperatura inicial del ultrasonido: 22°C Temperatura final del ultrasonido: 49°C Temperatura inicial del matraz: 22.3°C	0.6501 g	

___**(** 50 **)**_____

			Temperatura final del matraz: 31.8°C		
9	Ag ₂ S-OH	CH ₃ -OH N ₂ Secado en Parrilla	Sobrenadante turbio Dificultad al retirarlas de tubo para lavarlo Producto negro brillante	0.5875g	
10	Ag ₂ S-OH- PEG	CH ₃ -OH PEG N ₂ Secado en Parrilla	Sobrenadante turbio con capa café Dificultad al retirar el producto del tubo para lavarlo ya que se quedaron adheridas en las paredes++ Producto negro brillante	0.5763g	

+ Dificultad media para retirar las nanopartículas del tubo falcón

++ Dificultad moderada para retirar las nanopartículas del tubo falcón

En la **Tabla 5**. Se muestra la cantidad de nanopartículas obtenidas en los grupos sintetizados con OH. Los grupos a los cuales se le agregaron PEG (Grupos 2,4,6,8) presentaron una cantidad mayor de nanopartículas en comparación con los grupos en los cuales no se incorporó este agente.

En el grupo Ag₂S -OH-PEG (Grupo 10), las nanopartículas se quedaron adheridas a los tubos, por lo cual, cierta cantidad de nanopartículas no pudieron ser secadas y pesadas.

Se puede observar el cambio de tonalidad en el sobrenadante dependiendo en grupo de síntesis y las condiciones en las que las que están se realizaron. Dichas condiciones se detallan en el apartado correspondiente. Además, se identificaron características únicas que se presentó en cada grupo durante el proceso de síntesis.

5.1.1 Resultados de sulfuro de plata utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno con ultrasonido.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de las caracterizaciones realizadas en los grupos sintetizados con OH.

Estas caracterizaciones se llevaron a cabo con el objetivo de comparar las propiedades morfológicas, ópticas y estructurales del sulfuro de plata sintetizada con condiciones específicas ya mencionadas.

Se utilizaron técnicas como la difracción de rayos X (DRX), espectroscopia UV-Vis y microscopía electrónica de transmisión (TEM).

5.1.1.1 Ag₂S-OH/UT a 42kHz y secado en parrilla

En la Figura 22 se presentan los patrones de difracción de rayos-X y espectro de absorbancia UV-Vis de sulfuro de plata sintetizado en metanol anhidro y con ultrasonido a 42 kHz.

Los picos cristalinos corresponden con la carta cristalográfica de la acantita (PDF #00-014-0072). Los picos adicionales a la carta cristalográfica se muestran con asterisco en color rojo (*). Las Nanopartículas presentan una banda ancha de absorción de 300 nm a 900 nm.



Figura 22. Difracción de rayos-X (izquierda) y espectro de absorbancia UV-Vis (derecha) de sulfuro de plata sintetizado en metanol anhidro, en un ambiente de nitrógeno y con ultrasonido a 42 kHz. Secado de producto en parrilla.

Las nanopartículas obtenidas fueron preparadas en rejillas para el análisis TEM utilizando dos solventes dimetilsulfóxido (DMSO) y alcohol isopropílico ((CH₃)₂CH-OH).

En la Figura 23 se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata disperso en dimetilsulfóxido. Se observa una morfología de nanopartículas aglomeradas, así como formas cúbicas (encerradas en rojo) y de morfología esférica (encerradas en azul).



Figura 23. Imágenes TEM Ag₂S-OH/UT en ambiente de nitrógeno. Preparación en rejillas de TEM con solvente DMSO.

En la Figura 24 se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata disperso en alcohol isopropílico. Las nanopartículas se pueden observar aglomeradas (encerradas en color amarillo), se pueden observar unas nanopartículas esféricas (encerradas en azul), semiesféricas (encerradas en color azul fuerte), así como nanopartículas sin una forma definida.



Figura 24. Imágenes TEM Ag₂S -OH/UT en ambiente de nitrógeno. Preparación en rejillas TEM con solvente es alcohol isopropílico.

5.1.1.2 Ag₂S-OH-PEG/UT a 42kHz y secado en horno

En la Figura 25 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción correponden a la carta cristalográfica de la fase

cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 300 nm a 900 nm.



Figura 25. Difracción de rayos-X (izquierda). Espectro de absorbancia UV-Vis (derecha) de sulfuro de plata con polietilenglicon (PEG) sintetizado en ambiente nitrógeno, en solución anhidra, uso de ultrasonido a 42 kHz. Secado de producto en horno. Carta cristalográfica de acantita PDF #00-014-0072.

Las nanopartículas obtenidas fueron preparadas en rejillas para el análisis TEM utilizando dos solventes dimetilsulfóxido (DMSO) y alcohol isopropílico ((CH₃)₂CH-OH).

En la Figura 26 se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata disperso en dimetilsulfóxido. Se pueden observar zonas donde se aglomeran las nanopartículas (encerradas en amarillo), también se observan nanopartículas de morfologías semiesféricas (encerradas en azul claro) y de forma esféricas (encerradas en azul fuerte).

En la Figura 27 se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata disperso en alcohol isopropílico. Se pueden observar que las nanopartículas se aglomeraron. También se pueden llegar a observar algunas nanopartículas esféricas (encerradas en azul fuerte).



Figura 26. Imágenes TEM de Ag₂S -OH-PEG/UT. Rejillas de TEM preparadas con DMSO. Se realizaron micrografías a 200 nm, 100 nm.



Figura 27. Imágenes TEM de Ag₂S -OH- PEG/UT. Rejillas de TEM preparadas con alcohol isopropanol.

5.1.1.3 Ag₂S-OH/UT a 42kHz, doble cantidad de solvente y secado en horno

En la Figura 28 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 250 a 900 nm



Figura 28. Difracción de rayos-X (izquierda) y espectro de absorbancia UV-Vis (derecha) de sulfuro de plata sintetizado en metanol anhidro usando doble cantidad de solvente, en un ambiente de nitrógeno y con ultrasonido a 42 kHz. Secado de producto en horno. Carta cristalográfica de acantita PDF #00-014-0072. Los picos adicionales están señalados con asterisco rojo (*).

En la Figura 29, se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata. Se pueden observar aglomeraciones en las micrografías algunas de ellas encerrada en un círculo rojo. También sobresalen algunas nanopartículas en forma esférica encerradas en azul fuerte y algunas semiesféricas (encerrada en azul claro). De igual forma se puede observar nanopartículas en forma cubica (encerrada en color rojo)



Figura 29. Imágenes TEM de Ag₂S -OH/UT con doble cantidad de solvente de metanol anhidro. Preparación de rejillas 50% etanol- 50% agua.

5.1.1.4 Ag₂S-OH-PEG/UT a 42 KHz, secado en horno, doble cantidad de metanol anhidro

En la Figura 30 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 280 nm a 900 nm con una banda de máxima absorción a 500nm.



Figura 30. Difracción de rayos-X (izquierda). Espectro de absorbancia UV-Vis (derecha) de sulfuro de plata con polietilenglicol (PEG) sintetizado en ambiente nitrógeno, en solución anhidra en doble cantidad, uso de ultrasonido a 42 kHz. Secado de producto en horno. Carta cristalográfica de acantita PDF #00-014-0072. Puntos de difracción adicionales señalados con estéricos en color negro (*).

En la Figura 31, se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata. Se observan zonas donde hay aglomeración (encerrado en color amarillo) y se pueden observar nanopartículas con morfología esférica (color azul fuerte) y semiesférica (color azul claro).



Figura 31. Imágenes TEM de las nanopartículas de sulfuro de plata en un ambiente nitrógeno. Ag₂S-OH-PEG/UT con doble cantidad de OH. En las micrografías tomadas en 200,100 y 50 nm.

5.1.1.5 Ag₂S-OH/UT a 80 KHz, secado en parrilla

En la Figura 32 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 280 nm a 900 nm.



Figura 32. Lado izquierdo difracción de rayos-X, comparada con Carta cristalográfica de acantita PDF #00-014-0072. Los picos adicionales a la carta cristalográfica están marcados con un asterisco rojo (*). Espectro de absorbancia UV-Vis (derecha) de sulfuro de plata c sintetizado en ambiente nitrógeno, en solución anhidra, uso de ultrasonido a 80 kHz. Secado en parrilla por 3 horas.

En la Figura 33, se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata. En este grupo no se puede determinar con certeza la morfología ni el tamaño de las nanopartículas sintetizadas. Pero se pueden llegar a observar nanobarras (encerrados en morado).





Figura 33. Imágenes TEM de nanopartículas de Ag₂S-OH/UT a 80 kHz. Celdillas TEM preparadas con 50% agua y 50% metanol.

5.1.1.6 Ag₂S-OH-PEG/UT a 80 KHz, secado en parrilla

En la Figura 34 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 300 nm a 900 nm.



Figura 34. Difracción de rayos-X representada en la imagen de la izquierda, comparada con Carta cristalográfica de acantita PDF #00-014-0072. Hay presencia de picos adicionales a los presentes en la carta cristalográfica, los cuales están marcados con un asterisco negro (*).
Espectro de absorbancia UV-Vis (derecha) de sulfuro de plata con PEG sintetizado en ambiente nitrógeno, en solución anhidra, uso de ultrasonido a 80 kHz. Secado en parrilla por 3 horas.

En la Figura 35, se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata. Se pueden observar nanopartículas de forma cubica (encerradas en rojo), de forma esférica (encerradas en azul fuerte) y semiesférica (encerradas en azul claro).



Figura 35. Imágenes TEM de las nanopartículas de sulfuro de Ag₂S-OH-PEG/UT a 80 kHz. Se realizaron las mediciones de la celda TEM a 200, 100 y 50 nm.

5.1.1.7 Ag₂S-OH/UT a 80 KHz, secado en horno

En la Figura 36 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 250 nm a 900 nm.



Figura 36. Lado izquierdo difracción de rayos-X, comparada con Carta cristalográfica de acantita PDF #00-014-0072. Espectro de absorbancia UV-Vis (derecha) de sulfuro de plata sintetizada en ambiente nitrógeno, en solución anhidra, uso de ultrasonido a 80 kHz.

En la Figura 37, se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata. Se pueden observar aglomeración de las nanopartículas (encerradas en color amarillo), así como la presencia de nanopartículas de diámetro muy pequeñas. También se observen de forma esférica (encerradas en color azul fuerte) y semiesférica (encerradas en color azul claro) También hay presencia de nanobarras (encerrados en color morado). Se observan nanopartículas de dimensiones pequeñas y morfología esférica en las dos últimas micrografías de 100 y 50 nm.



Figura 37. Imágenes TEM a 200, 100 y 50 nm de Ag₂S-OH/UT a 80 kHz, secado en horno.

5.1.1.8 Ag₂S-OH-PEG/UT a 80 KHz, secado en horno.

En la Figura 38 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 250 nm a 700 nm.



Figura 38. Lado izquierdo difracción de rayos-X, comparada con Carta cristalográfica de acantita PDF #00-014-0072. Los picos adicionales no presentes en la carta cristalográfica son marcados con un asterisco color negro (*) Espectro de absorbancia UV-Vis (derecha) de sulfuro de plata sintetizada en ambiente nitrógeno, en solución anhidra, con polietilenglicol (PEG). Uso de ultrasonido a 80 kHz.

En la Figura 39, se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata. Las partículas se observan aglomeradas en una zona de la rejilla, en otra zona se puede observar una distribución de la nanopartícula con morfología esférica, semiesférica y cúbicas.



Figura 39. Imágenes TEM de nanopartículas de sulfuro de plata de Ag₂S-OH-PEG/ UT (80 kHz). Imágenes a escala de 200, 100 y 50 nm.

5.1.2 Resultados de sulfuro de plata utilizando metanol anhidro en ambiente de nitrógeno sin ultrasonido.

5.1.2.1 Ag₂S-OH secado en Parrilla.

En la Figura 40, se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase

cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 280 nm a 700 nm con un máximo de absorción a 550 nm.



Figura 40. Difracción de rayos-X (izquierda) Comparada con la carta cristalográfica de acantita PDF #00-014-0072. Los picos adicionales son marcados con un asterisco color negro (*).
Espectro de absorbancia UV-Vis (derecha) de sulfuro de plata sintetizado en metanol anhidro, en un ambiente de nitrógeno y sin ultrasonido. Secado de producto en parrilla.

En la Figura 41, se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata. Se pueden observar morfología esférica (encerrada en azul fuerte), semiesférica (encerrada en azul claro) así como nanopartículas sin una morfología definida.



Figura 41. Imágenes TEM de Ag₂S en ambiente nitrógeno y con metanol anhidro sin uso de ultrasonido. Celdillas TEM preparadas con 50% agua 50% etanol.

5.1.2.2 Ag₂S-OH-PEG secado en Parrilla.

En la Figura 42 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 300 nm a 900 nm con un máximo de absorción en 527 nm.


Figura 42. Difracción de rayos-X (izquierda) y espectro de absorbancia UV-Vis (derecha) de sulfuro de plata sintetizado en metanol anhidro, en un ambiente de nitrógeno con PEG y sin ultrasonido. Secado de producto en parrilla. La difracción de rayos X es comparada con la carta cristalográfica de acantita PDF #00-014-0072. Los picos adicionales a la carta fueron marcados con un asterisco negro (*)

En la Figura 43, se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata. Se pueden observar nanopartículas de morfología esféricas (encerradas en azul fuerte), semiesféricas (encerradas en azul claro).



Figura 43. Imágenes TEM de Ag₂S-OH-PEG en ambiente nitrógeno y con metanol anhidro, sin uso de ultrasonido.

No.	Grupos	Picos de difracción	Picos	λ máxima	Diámetro	Forma de
		Acantita 2 θ (°)	adicionales en	de	de	nanopartícula
		PDF #00-014-0072	patrón de	absorción	nanopartícu	
			difracción de	UV-Vis	las	
			rayos X	(nm)	(nm)	
			2 θ (°)			
1	Ag ₂ S-OH/UT	26.24; 26.63; 29.21;	28.42; 30.60;	554 nm	35.37673 ±	Esférica
		31.79; 33.88; 34.77;	39.73		2.13261	Semiesférica
		36.86; 36.95; 38.05;				
		41.02; 43.70; 46.48;				
		53.63				
2	Ag ₂ S-OH-	26.14; 23.53; 29.21;		526 nm	26.49519 ±	Esférica
	PEG/UT	31.69; 33.88; 34.67;			0.61404	Cúbicas
		35.07; 37.05; 37.95;				
		40.92; 43.60; 46.28;				
		53.53				
3	Ag ₂ S-OH/UT/	22.77; 26.16; 29.21;	30.66; 39.78	486 nm	21.81273 ±	Esféricas
	Horno (doble	31.78; 33.85; 34.61;			2.39179	Cúbicas
	cantidad de	35.02; 37.05; 38.06;				
	OH)	38.41; 40.99; 43.68;				
		54.45				
4	Ag ₂ S-OH-	26.21; 29.25; 31.78;	30.61; 33.10;	516 nm	34.88837 ±	Esféricas
	PEG/UT/Horn	33.85; 34.66; 37.10;	39.83; 64.79		1.2584	Semiésfericas
	o (doble	38.41; 40.99; 45.68;				
	cantidad de	44.59; 50.92; 53.55				
	OH)					
5	Ag ₂ S-OH/UT	26.21; 29.25; 31.78;	30.56; 39.53;	563 nm	Nanopartúcu	Aglomeración
	(80 kHz)	33.85; 34.61; 35.02;	64.79		las	en imágenes
		37.04; 38.06; 38.41;			aglomeradas	TEM, pero se
		40.99; 43.68; 54.45			en imagenes	pueden observar
					TEM	nanobarras
6	Ag ₂ S-OH-	26.16; 29.25; 33.85;	28.59 30.31	550 nm	18.65051 ±	Esféricas
	PEG/UT (80	34.66: 36.99; 37.96;			0.33906	Semiesféricas
	kHz)	49.94; 45.65; 46.41;				Cúbicas
		53.45				

Tabla 6. Concentrado de resultados obtenidos de las caracterizaciones de rayos X, absorción óptica y morfología, realizadas a los grupos sintetizados con metanol anhidro.

7	Ag ₂ S-OH/UT	26.16; 29.25; 31.78;	30.72; 32.39;	532 nm	Nanopaetícu	Se pueden
	(80	33.91; 34.66; 35.07;	64.74		las	observar
	kHz)/Horno	37.04; 38.01; 40.99;			aglomeradas	Esféricas
		44.54; 46.41: 53.45			en imagenes	
					TEM	
8	Ag ₂ S-OH-	26.21; 26.56; 29.25;	30.61; 39.83;	444 nm	10.02498 ±	Esféricas
	PEG/UT (80	31.78; 33.85; 34.77;	64.69		0.34002	Semiesféricas
	kHz)/Horno	37.10; 38.41; 40.99;				Cúbicas
		43.68; 44.59; 53.55;				Aglomeración
		63.98				en una parte de
						la micrografía.
9	Ag ₂ S-OH	22.66; 26.11; 26.56;	27.83; 30.46	550	46.00943 ±	Esféricas
		29.20; 31.73; 33.83;			14.23261	Semiesféricas
		34.56; 34.82; 36.69;				
		37.04; 37. 96; 49.89;				
		43.59				
10	Ag ₂ S-OH-	26.01; 26.51; 29.10;	27.63; 30.61;	527	35.72322 ±	Esféricas
	PEG	31.68; 33.96; 34.61;	35.87; 39.58;		1.58116	Semiesféricas
		34.92; 36.74; 37.91;	64.54			
		40.89; 43.58; 44.39;				
		53.45				
1	1		1	1	1	1

En las gráficas de rayos X se pueden observar que se obtuvieron sulfuro de plata en su fase Acantita esta comparada con la carta cristalográfica: Acantita PDF #00-014-0072. En las gráficas de rayos X obtenidas con la caracterización DRX.

La que la gráfica correspondiente al grupo 2 (Ag₂S-OH-PEG/UT) sintetizada a 42 kHz es el único de los grupos que corresponde en su totalidad con los picos de difracción la carta cristalográfica. Los otros grupos se presentan picos de difracción adicionales.

Las mediciones de espectrometría UV-Vis, se observan bandas de absorción de las nanopartículas obtenidas. Alcanzando el punto más alto de absorción entre los 444 nm a 563 nm, estos parámetros bandas de absorción son características del sulfuro de plata

Se obtuvieron micrografías TEM a magnificaciones diferentes, donde en los grupos 5,7, se pueden observar que una aglomeración de nanopartículas por lo cual la distribución de tamaño no puede ser tan fiable. Se observan nanopartículas de forma cubica, esférica, nanobarras. Los grupos a los cuales se les agrego el agente PEG (grupo 2,4,6,8 y 10) se pueden observar con recubrimiento alrededor de las nanopartículas.

En grupo 6 las nanopartículas si se observan de manera distribuidas. Las imágenes TEM fueron tomaron en rangos de 200, 100 y 50 nm. De un tamaño de 18.65051 ± 0.33906 este resultado se obtuvo después de realizar la distribución de tamaño con ayuda de los programas Imagen J y Origin Lab.

Las señales que presentan los espectros UV- Vis pertenecen a las transiciones de electrones π . Debido al número de variables y diferencia entra las diversas síntesis que se realizaron, no es posible asignar un patrón o una correlación entre la señal más alta del espectro y las variaciones de tamaño o morfología de las nanopartículas obtenidas en cada grupo de síntesis.

Los picos adicionales corresponden a los precursores utilizados en la reacción de síntesis del sulfuro de plata, como ya lo ha mencionado Sierra, N en su trabajo de tesos. Ella presenta una gráfica en la cual se presentan los patrones de difracción del Ag₂S y los precursores utilizados (Sierra, N. 2025).

5.2 RESULTADOS DEL PRODUCTO DE SULFURO DE PLATA CON AGUA DESTILADA

Se realizaron cuatro grupos más de nanopartículas de sulfuro de plata en condiciones de medio ambiente y con agua destilada. Estos grupos variaron en el uso o no de ultrasonido. A dos de estos cuatro grupos se realizaron agregando el agente ligante de polietilenglicol (PEG).

No.	Grupos de síntesis	Condiciones de síntesis	Observaciones	Cantidad de Producto obtenido (g)	Muestra en solución
11	Ag ₂ S-H ₂ O/UT	H ₂ O 42 kHz Secado en Parilla	Sobrenadante cristalino Facilidad al retirarlas de tubo para su lavado Producto negro opaco/grisáceo	0.7238g	
12	Ag ₂ S-H ₂ O-PEG/UT	H ₂ O PEG 42 kHz Secado en Parilla	Sobrenadante cristalino facilidad al retirarlas de tubo para su lavado Producto negro opaco/grisáceo	1.1128g	

Tabla 7. Grupos de síntesis de sulfuro de plata en medio acuoso con ultrasonido (42 kHz) y sin ultrasonido. En cada grupo se realizó con y sin polietilenglicol.

13	Ag ₂ S-H ₂ O	H ₂ O Secado en Parilla	Sobrenadante cristalino Facilidad al retirarlas de tubo para su lavado Producto negro opaco/grisáceo Residuos blanquecinos en matraz	1.1095g	
14	Ag ₂ S-H ₂ O-PEG	H ₂ O PEG Secado en Parilla	Sobrenadante cristalino Facilidad al retirarlas de tubo para su lavado Producto de un tubo perdido en un ciclo de lavado Producto negro opaco/grisáceo Residuos blanquecinos en matraz	1.0091g	F

+ Dificultad media para sacar las nanopartículas del tubo falcón

++ Dificultad moderada para sacar las nanopartículas del tubo falcón

En la Tabla 7. Se presentan las variaciones que se realizaron en cada síntesis, así como observaciones que se pueden destacar al momento del proceso de síntesis.

5.2.1 Resultados de sulfuro de plata utilizando agua destilada con ultrasonido.

5.2.1.1 Ag₂S-H₂O/UT secado en Parrilla

En la Figura 44 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 300 nm a 700 nm.



Figura 44. Difracción de rayos X (imagen de la izquierda) comparada con la carta cristalografía de acantita de Ag₂S PDF # 00-014-0072. Se observaron picos de difracción que no están presentes en la carta cristalográfica. Los cuales son cuatro y están indicados con un asterisco rojo (*) Espectro de absorbancia UV-Vis de sulfuro de plata utilizando agua para sintetizarlo. Utilizando Ultrasonido.

En la Figura 45 se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata. Se pueden observar nanopartículas de forma esferica (encerradas en azul fuerte), semiesfericas (encerradas en azul claro). De igual manera se observam aglomeraciones (encerradas en amarillo).



Figura 45. Imágenes de microscopia TEM de sulfuro de plata y sinterizado en medio acuoso con uso de ultrasonido.

5.2.1.2. Ag₂S-H₂O-PEG/UT secado en Parrilla.

En la Figura 46 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 250 nm a 800 nm.



Figura 46. Difracción de rayos X (imagen de la izquierda) comparada con la carta cristalografía de acantita de Ag₂S PDF # 00-014-0072. Espectro de absorbancia UV-Vis de sulfuro de plata con PEG utilizando agua para sintetizarlo. Utilizando Ultrasonido. Los picos de difracción extras que no se encuentran en la carta cristalografía se señalan con asteriscos rojos (*).

En la Figura 47 se presentan las imágenes TEM de nanopartículas de sulfuro de plata donde se observan con aglomeración y es difícil obtener un tamaño y forma de nanopartícula presente.



Figura 47. Imágenes de microscopia TEM de nanopartículas de sulfuro de plata con recubrimiento de PEG sintetizada en medio ambiente y con H₂O. Imágenes a escala de 500, 200 y 100 nm.

5.2.2 Resultados de sulfuro de plata utilizando agua destilada sin ultrasonido.

5.2.2.1 Ag₂S-H₂O

En la Figura 48 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 300 nm a 700 nm.



Figura 48. Difracción de rayos X (imagen de la izquierda) comparada con la carta cristalografía de acantita de Ag₂S PDF # 00-014-0072. Picos de difracción de la carta cristalográfica señalados con asterisco en color rojo (*). Espectro de absorbancia UV-Vis de sulfuro de plata utilizando agua para sintetizarlo en medio ambiente

En la Figura 49 se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata con morfologías semiesféricas (encerradas en azul claro), esféricas (encerradas en azul fuerte).



Figura 49. Imagnes de microscopia TEM de nanopartículas de Ag₂S en solución acuosa sin el uso de ultrasonido. Celdillas TEM preparadas con 50% agua 50% etanol.

5.2.2.2 Ag₂S-H₂O-PEG

En la Figura 50 se presenta el patrón de difracción (izquierda) y el espectro de absorbancia óptica del sulfuro de plata. Los picos de difracción corresponden a la carta cristalográfica de la fase cristalina acantita (PDF #00-014-0072). La banda de absorción óptica de las nanopartículas se encuentra entre 250 nm a 850 nm y una banda bien definida con un máximo a 450 nm.



Figura 50. Difracción de rayos X (imagen de la izquierda) comparada con la carta cristalografía de acantita de Ag₂S PDF # 00-014-0072. Espectro de absorbancia UV-Vis de sulfuro de plata utilizando agua para sintetizarlo. Utilizando Ultrasonido. Picos de difracción extras están señalados con asteriscos.

En la Figura 51 se presentan las imágenes TEM del sulfuro de plata. En estas micrografías TEM se pueden observar nanopartículas de forma esféricas (encerradas en azul claro), semiesféricas (encerradas en azul claro).



Figura 51. Imágenes TEM de nanopartículas de sulfuro de plata de Ag₂S- H₂O-PEG. En escala de 200, 100 y 50 nm.

Tabla 8. Grupos de síntesis de sulfuro de plata en medio acuoso con los resultados de las caracterizaciones de Rayos X, absorción óptica y morfología.

No.	Grupos	Picos de difracción Acantita 2 θ (°) PDF #00-014-0072	Picos adicionales en patrón de difracción de rayos X 2 θ (°)	λ máxima de absorción UV-Vis (nm)	Diámetro de nanopartículas (nm)	Forma de nanopartículas
11	Ag ₂ S-H ₂ O/UT	22.63; 26.06; 26.56; 29.04; 31.68; 33.35; 34.56; 34.96; 36.74; 36.84; 37.91; 40.70; 43.63	27.63; 30.72; 32.40; 39.27	401	20.53782 ± 1.15705	Esférica Semiesféricas
12	Ag ₂ S-H ₂ O- PEG/UT	22.66; 26.16; 26.56; 29.20; 31.63; 33.40; 34.51; 34.97; 36.94; 38.01; 40.84; 43.58; 47.93	30.77; 32.49; 39.48	413	Imágenes TEM muestra las nanopartículas aglomeradas	Imágenes TEM muestra las nanopartículas aglomeradas
13	Ag ₂ S-H ₂ O	22.61; 26.06; 29.20; 31.73; 33.50; 34.56; 35.17; 37.10; 37.80; 40.84; 43. 78; 47.83; 53.53	27.68; 30.63; 32.54; 39.37	479	25.86285 ± 1.77555	Esféricas Semiesféricas
14	Ag ₂ S-H ₂ O- PEG	22.61; 26.11; 29.20; 31.63; 33.35; 34.64; 37.96; 40.84; 43.88; 45.55; 47.88; 52.34	30.77; 32.54; 36.08, 39.37	427	12.50444 ± 0.1701	Esféricas Semiesféricas

En esta Tabla 8 se presenta un compilado de los resultados obtenidos de las caracterizaciones realizadas. Se presentan picos correspondientes de la carta cristalográfica Acantita PDF #00-014-0072, los picos adicionales presentes en los resultados obtenidos en la caracterización de difracción de rayos X (RDX). El nivel de absorción, el diámetro de las nanopartículas obtenidas y las formas más predominantes de cada grupo de síntesis

Al igual los grupos sintetizados con H_2O y en medio ambiente, se realizaron las caracterizaciones de espectrometría UV-Vis, difracción de rayos X, imágenes TEM.

En la espectrometría UV-Vis muestra picos de absorbancia de 401 a 427 nm. Estas curvas son en los parámetros mostrados en la literatura. Los grupos que se sintetizaron con el agente PEG se puede observar una banda más definida.

Los parámetros de difracción de rayos X podemos observar que se obtuvo sulfuro de plata en su fase acantita, esto comparada con la carta cristalográfica Acantita PDF #00-014-0072. En la cual corresponden a los picos de difracción de la carta cristalográfica mencionada. Además, se observan

algunos picos adicionales repitiéndose en dos grupos el pico 30.77 (grupo Ag₂S-H₂O-PEG/UT y Ag₂S-H₂O-PEG) ambos grupos se le agrego el agente PEG.

En las imágenes TEM se pueden observar las nanopartículas menos aglomeradas, sin embargo, en el grupo Ag_2S-H_2O-PEG/UT la imagen TEM en todas las escalas tomadas (200, 100 y 50 nm) se observa una mancha esto debido a la aglomeración de las nanopartículas.

5.3 Resultados de fotocatálisis

En la figura 52 se muestras los resultados obtenidos del ensayo de degradación fotocatalítica del naranja de metilo. Utilizando sulfuro de plata sintetizado a una frecuencia de 80 kHz y con el agente ligante polietilenglicol (PEG), presentó un 50% de degradación en el minuto 60, sin el agente ligante y a la misma frecuencia se obtuvo una degradación de 40% en el minuto 15.

Con frecuencia a 42 kHz se puede observar que la degradación fue menor que a la frecuencia de 80 kHz. En aquellas nanoestructuras en las cuales no se utilizó frecuencia ultrasónica, con PEG se obtuvo una degradación cerca de 45% en el minuto 90 y sin PEG se obtuvo un 35% de degradación en el minuto 90. Estas nanoestructuras mostraron una degradación lineal comparados con los resultados obtenidos en frecuencia a 42 kHz y 80 kHz donde se puede notar una variación en los parámetros fotocatalíticos del minuto 30 al minuto 75 la cual muestra una disminución de la actividad, que puede ser causada por la formación de algún compuesto secundario, impurezas o perdida del catalizador (sulfuro de plata).



Figura 52. Graficas resultados de fotocatálisis. Mediciones de muestras tomadas cada 15 minutos tiempo total 90 minutos.

5.4 Discusión

En la literatura se han reportado diferentes métodos de obtención de nanopartículas de sulfuro de plata con diferentes precursores de reacción, diferentes métodos de síntesis y por esta razón varía la forma y propiedades de las nanopartículas sintetizadas.

En el año 2023, en un estudio realizado por Sadovnikov sobre la síntesis hidrotermal de sulfuro de plata utilizaron precursores de nitrato de plata como fuente de iones de plata, sulfuro de sodio como fuente de azufre y citrato de sodio. También realizaron síntesis en soluciones alcohólicas utilizando etilenglicol, pero utilizaron precursores de reacción de nitrato de plata, azufre y tiocarbamida. Los resultados que obtuvieron fueron los siguientes; las nanopartículas sintetizadas en soluciones acuosas contienen sulfuro de plata monocíclico en estructura cristalina acantita, mientras que se realizaron con soluciones etanólicas contienen plata monoclínica y plata metálica cúbica. La morfología obtenida en las síntesis fue de paralelepípedos rectangulares y cubos con bordes lisos, pero en diferente tamaño ~500 a ~2000 nm (Sadovnikov et al., 2023).

En este trabajo de tesis se realizaron síntesis en medio acuoso y medio metanólico utilizando metanol anhidro, los precursores utilizados para la reacción en ambos casos fueron los mismos: nitrato de plata, sulfuro de sodio y citrato de sodio y el método de síntesis asistida con ultrasonido a 0, 42 y 80 kHz. Las nanopartículas que se obtuvieron en medio alcohólico a 42kHz fueron de un tamaño que oscilan de 21 a 35 nm, de morfología esféricas y semiesféricas. A 80 kHz oscilan en entre los 10 y 18 kHz, presentando morfologías esféricas, semiesféricas, cúbicas y en algunos casos nanobarras. En medio acuoso a 42 kHz se obtuvieron nanopartículas de sulfuro de plata con tamaño que oscilan de 18 a 25 nm con morfología esféricas y semiesfericas

Ramesh & cols en el 2025 realizaron un estudio en donde compararon nanoestructuras de ferrita de cobalto con síntesis por coprecipitación asistida con ultrasonido. Se analizó la síntesis a partir de nitrato de cobalto y hierro disuelto en solución acuosa. Estudiaron el efecto del ultrasonido dependiendo de la duración en tiempo en la que se empleó (0, 20, 40 y 60 min) y a temperatura ambiente. El uso del ultrasonido disperso las nanopartículas evitando su aglomeración o presentan aglomeraciones muy pequeñas comparadas con aquellas nanopartículas en las cuales no se utilizó ultrasonido (Ramesh et al., 2025).

En este estudio unos de los parámetros que se estudiaron fue la variación de frecuencias de ultrasonido (0, 42 y 80 kHz). Los grupos donde se no se usó ultrasonido o bien se utilizó una frecuencia de 42 kHz, se obtuvieron nanopartículas de forma esféricas o semiesferas, aunque la aglomeración de estas nanopartículas fue mayor. En cambio, las nanopartículas sintetizadas a 80 kHz presentaron menos aglomeración, pero en algunos grupos hubo más variación morfológica en las nanopartículas. Sin embargo, los grupos sintetizados con metanol Ag₂S-OH-PEG/UT 80 kHz secadas en Horno y Ag₂s-OH/ UT 80 kHz secadas en parrilla, se observaron aglomerados sin morfología clara de nanopartículas. El grupo Ag₂S-H₂O-PEG/UT en solución acuosa las

micrografías se observan las nanopartículas aglomeradas por lo cual no se pudo definir morfología ni tamaño.

En el año 2022 Ghamdi & cols. Sintetizaron nanopartículas de óxido de zinc y estudiaron el efecto de polietilenglicol y el quitosano en estructura y morfología. Para realizar dicho estudio realizaron nanopartículas de ZnO mediante extracto de hojas de frescas de moringa, de igual manera sintetizaron nanopartículas compuestas de PEG-ZnO con hojas de moringa y añadiendo 25 ml de PEG. También sintetizaron Quitosano-ZnO utilizando hojas de moringa y 25 ml de solución se quitosano. Los resultados que obtuvieron al agregar PEG fue que las nanopartículas de ZnO no fueron cristalinas comparada con el grupo de ZnO sin PEG. Las nanopartículas sintetizadas con PEG presentaron una forma casi esférica y son más pequeñas (Ghamdi et al., 2022).

De Hoyos-Sifuntes & cols realizaron una síntesis y caracterización de nanopartículas de MgFe₂O₄ y nanocompuestos de MgFe₂O₄ recubiertos de PEG. Para la realización de estas síntesis sin recubrimiento de PEG se llevó a cabo mediante método sol-gel utilizando como precursores cloruro de hierro y nitrato de magnesio disueltos en agua destilada y etanol, además se sometieron a calentamiento continuo a 40°C y agitación durante 1 hora. Una vez que se formó el gel se secó en estufa durante 24 horas a 110°C. El material que se obtuvo fue molido y se colocó en tratamiento térmico a 700°C durante 2 horas para lograr la cristalización del material. Para la realización de las nanopartículas con recubrimiento de PEG se realizó una suspensión de nanopartículas de MgFe₂O₄ utilizando agua destilada se colocó en un ultrasonido durante 15 minutos y se añadió una solución acuosa de PEG al 5% y se sónico durante 30 minutos más. Posteriormente la mezcla se centrifugo a 4390 rpm durante un periodo de 2 minutos y se eliminó el sobrenadante que contenía el exceso de PEG y el contenido del precipitado de secó en la estafa a 150°C durante 24 horas. Se obtuvieron nanopartículas sin PEG esféricas con un tamaño promedio de 36 nm y con aglomeraciones mientras que; aquellas recubiertas con PEG mostraron un tamaño de 25 nm con menos de aglomeraciones (De Hoyos-Sifuentes et al., 2022).

Comparando los resultados obtenidos en este trabajo de titulación, la síntesis asistida con ultrasonido con un total de 14 grupos, de los cuales a 7 se les adicionó PEG, tanto en medio de solución de metanol como en soluciones acuosas. En los grupos de sintetizados agregándoles PEG las nanopartículas se observan con tamaños más pequeños (10 nm), comparados con aquellos grupos a los cuales no se les agrego el agente PEG. Solo en dos grupos de los cuales se le les agregó este agente las nanopartículas muestran una aglomeración en las micrografías TEM que son Ag₂S-OH-PEG/UT 80 kHz y Ag₂S-H₂O-PEG/UT. El grupo Ag₂S-OH-PEG/UT doble cantidad de metanol anhidro presentó un tamaño mayor comparado con Ag₂S-OH/UT doble cantidad de OH, esto se puede deber que en las micrografías TEM de las nanopartículas sintetizadas con PEG se mostraba aglomeradas y en cantidad de nanopartículas era menor por lo cual el promedio de tamaño (26.49519 \pm 0.61404 nm) fue mayor, comparado con el grupo que se sintetizó bajo las mismas condiciones, pero sin agregarle PEG.

En el año 2022 Li y colaboradores realizaron una revisión de fotocatalizadores a base de plata y menciona que el sulfuro de plata, debido a su estrecha banda prohibida, a su estabilidad y baja toxicidad facilitan la fotocatálisis. También mencionan que la aplicación de Ag₂S en fotocatálisis

es limitada, esto debido a su alta tasa de recombinación de portadores fotogenerados y a que es un material con fácil fotocorrosión (Li et al, 2022).

En el presente estudio, el porcentaje de degradación del naranja de metilo tuvo variaciones en las mediaciones en la relación porcentaje tiempo; por ejemplo: en el intervalo del minuto 30 a 75 se observa una disminución y variaciones en la degradación del naranja de metilo.

Karim y colaboradores mencionan que un fotocatalizador debe tener estabilidad y actividad a largo plazo la cual dependerá de la morfología, tamaño y la fase cristalina en la que se encuentre. Otra característica es que debe superar la corrosión que es originada por las reacciones de oxidación.

En este estudio se obtuvieron morfologías distintas dependiendo de la variación de las condiciones de síntesis y su comportamiento no fue el mismo. Por ejemplo, en el grupo Ag₂S-OH-PEG/UT a 42 kHz se obtuvieron nanopartículas con morfología esféricas y semiesféricas y el Ag₂S-OH-PEG/UT a 80 kHz se obtuvieron nanopartículas con morfología esférica y cúbica.

En la síntesis a 80kHz, se obtuvieron nanopartículas de tamaño más pequeñas que dieron mejor resultados de degradación de naranja de metilo en un porcentaje de 50% entre los intervalos de tiempo 30 y 60 minutos. El método de suspensión de las nanopartículas directo al contaminante de naranja de metilo fue el utilizado en este trabajo. Además, menciona que en la mayoría de los estudios realizados de fotocatálisis lo realizan suspendiendo las nanopartículas debido a la fácil aplicación de este método, sin embargo, este tipo de estudio de suspensión tiene limitantes que incluyen la inestabilidad del catalizador, la fotocorrosión y la pérdida de superficie activa del catalizador (Karim et al., 2022).

6. Conclusiones

Con los resultados que obtuvimos en este proyecto de investigación podemos concluir que al variar las condiciones de síntesis se obtienen diferentes tipos de morfología del sulfuro de plata (Ag₂S), al igual algunas impurezas y las funciones fotocatálisis actúan de manera variada.

El grupo 2 (Ag₂S-OH-PEG/UT) fue el único grupo en que no se obtuvieron impurezas comparado con la carta cristalografía de la acantita PDF #00-014-0072. En todos los demás grupos se observan de tres a cuatro impurezas derivadas de la reacción química o proceso de síntesis.

Es cuestión a morfología se pueden observar una variación de morfología siento este más evidente cuando se accionó el ultrasonido a una frecuencia de 80 kHz. Pues a esta frecuencia se pueden observar nanobarras, nanocubos, además de nanopartículas esféricas y semiesféricas. De igual manera aquellas nanopartículas sintetizadas en medio acuoso presentan nanopartículas esféricas y semiesféricas.

En cuestión de tamaño aquellas nanoestructuras sintetizadas con PEG en su mayoría son más pequeñas. En relación con el medio donde estas sintetizadas, el tamaño más pequeño lo presentan las nanopartículas sintetizadas en medio acuoso a una frecuencia de 42 kHz comparado con las

sintetizadas a la misma frecuencia, pero en metanol anhidro. Las nanopartículas sintetizadas en soluciones acuosas en una frecuencia de 42 kHz presentan tamaños de 20 nm y aquellas que fueron sintetizadas en solución anhidra a 42 kHz presentan tamaño de 35 nm. Las nanoestructuras más pequeñas se obtuvieron a 80 kHz y fueron de 10 nm.

Al realizar la experimentación de fotocatálisis se puede observar una variación en los parámetros de degradación fotocatalítica. Pero se puede concluir que al utilizar aquellas nanopartículas sinterizadas a 80 kHz muestra mayor efectividad en la degradación fotocatalítica. Sin embargo, las variaciones pueden ser cusa por la formación de compuestos derivados del Ag₂S en reacción fotocatalítica, impurezas o la pérdida del fotocatalizador.

Trabajo futuro

Este trabajo puede ser la base para la funcionalización del sulfuro de plata para aplicación en diferentes áreas, dependiendo de las variaciones de condiciones. Por ejemplo, evaluar diferentes tipos de contaminantes en agua a través de la fotocatálisis.

Se puede determinar la viabilidad celular, el efecto antimicrobiano, antifúngico entre otros para su posible aplicación en materiales en área dental.

Productos académicos

Artículo de revisión: Mendoza Avilés Aimee Marlene, Mendoza Ornelas Mercedes Guadalupe, Andrade Martínez Lilia Michelle, Miranda Fernández Héctor Javier, Mares Muñoz Sayra Susana, Vilchis Valadez Edna Pamela, Castañeda Cisneros Jesús Enrique, M. C. Arenas-Arrocena. "Biocompatibilidad y actividad microbiana de sulfuro de plata nanoestructurado para aplicación en biomateriales: revisión sistemática". Mundo Nano 14(27) (2021) 1e-14e. ARTÍCULOS DE REVISIÓN www.mundom.an.m.m.m. | Mundo Nano https://doi.org/10.22201/caikds.24485491a.2021226866E | 14(27), 1a-14a, jable-diciembre 2021

Biocompatibilidad y actividad microbiana de sulfuro de plata nanoestructurado para aplicación en biomateriales: revisión sistemática^o

Biocompatibility and microbial activity of silver sulfide nanostructured for application in biomaterials: a systematic review

Aimee Mariene Mendoza Avilés,* Mercedes Guadalupe Mendoza Ornelas,* Lilia Michelle Andrade Martínez,* Héctor Javier Miranda Fernández,* Sayra Susana Mares Muñoz,* Edna Pamela Vilchis Valadez,** Jesús Enrique Castañeda Cisneros,*** María Concepción Arenas-Arrocena*

ABSTRACT: We are currently facing a difficult outlook due to the marked antibiotic resistance to existing antimicrobial agents. Microbial infocuions represent an important clinical threat, which is why it is necessary to look for alternatives for new agents, carrying out tests for microbial sensitivity and biocompatibility. The aim of this review is to do a systematic search about the microbial activity and the biocompatibility of silver suffide nanostructured for biomaterial applications. The search was carried out in October 2000 in the ScieneDirect, who do science y publied databases by using the keyworks, biocompatibility, cell viability, animicrobial activity or antifungal effect. The PRESMA recommendations for systematic reviews were used. From thirteen full-wext articles included about in vitro or in vivo studies shown that silver suffide nanostructures inhibited Gram (-) and Gram (-) microorganisms such as, S. oureus and e.), respectively, regardless of silve of nanoparticles. Quantum dots smaller than s nm of silver suffide presented over ess cell viability with fibroblasts or human cells. It is concluded that the antimicrobial activity and cell viability with fibroblasts or human cells. It is concluded that the antimicrobial activity and cell viability with fibroblasts or human cells. It is concluded that the antimicrobial activity and cell viability (exhibited by the silver suffide nanostructures do not show a dependence with size and concentration, but it could be used in biomaterials. KEYWORDS: biocompatibility, metallic chalcegenide, microbial inhibition, silver suffide.

RESUMEN: Acualmente nos enfrentamos a un panotama dificil por la marcada resistencia antibiotica a los agentes antimicrobianos rotistentes. Las infecciones microbianas representan una importante amenaza clínica por lo que es necesario buscar alternativas de nuevos agentes, realizando pruebas de sensibilidad microbiana y de biocompatibilidad. El objetivo de esta revisión es realizar una biosqueda sistemática sobre la actividad microbiana y la biocompatibilidad de

Recibido: 28 de diciembre de 2020.

Aceptado: 2 de febrero 2021.

⁶Agradecimientos: a los proyectos PAPIIT-DGAPA IN115018 y PAPIIT-DGAPA IN112921.
⁸Universidad Nacional Autónoma de México, licenciatura en odontología, Excuela Nacional de Estudios Superioren Unidad León, León, Guanajuato, México.

¹⁰ Universidad Nacional Autónoma de México, Paugrado en Cienciar Odontológicar, Escuela Nacional de Estudios Superiores Unidad León, León, Guanajuato, México.
¹⁰ Universidad Politécnica de Sinaloa, Unidad Académica de Ingeniería en Nanotecnología,

Mazarllán, Stnalon, México. ¹Univerzitikal Nacional Autónoma de México, Nanoestructuras y Biomaterialea, Escuela Nacional de Sciences Superiores Universitad Luín Cometizata México.

Nacional de Estudios Superiores, Unidad León, León, Guanajusto, México. Autora de correspondencia: carenas@enes.anam.mx



Poster: Mercedes Guadalupe Mendoza-Ornelas, Víctor Ruíz-Santoyo, Sarahí García-Carvajal, Marina Vega-González, Laura S. Acosta-Torres, M.C. Arenas-Arrocena, "Synthesis of silver sulfide nanostructures at different ultrasonic frequencies for water remediation", POLYMAT, 20-25 octubre del 2024.



Synthesis of silver sulfide nanostructures at different ultrasonic frequencies for the removal of contaminants in water



as.), Victor Ruiz-Santoyo', Sarahi Garcia-Carvajai', Marina Vega-Go Arrocena' zález!, Laura S. Acosta-Torres!, M.C. An

UV-Vis Sp

n, Universidad Nacional Autónoma de México, Boulevard UNAM #2011 Col. Predio El Sa tes C. P. 37684 León, Guanajusto, México. * e-mai: <u>caranastitenes unam my</u>. tad Letin, I

Introduction

ersatile material tion into optical region [1]. Ag₃S positioning it as nic pollutants in nd near-init ared in he r

obtain Ag.S nanostructures the removal of water politization







Conclusions

1 201 4 col: 544. p. 10 2722 doi: 10. 10 101 apro memory Public 2010 col. 21 0 p. 1740 K

TEM analysis

240

REFERENCIAS

Altammar, K. (2023). A review on nanoparticles: Characteristics, synthesis, applications, and challenges. Fronter in Microbiology, 14,1155622. <u>https://doi.org/10.3389/fmicb.2023.1155622</u>

Bahena Martínez, C. J., Torres Gómez, N., García Gutiérrez, D. I., & Vilchis Néstor, A. R. (2022). Síntesis hidrotermal de nanomateriales. En E. Vigueras Santiago y G. Martínez Barrera (Ed.), Materiales Avanzados y Nanomateriales: aprovechamiento de fuentes naturales y sus beneficios al medio ambiente (pp. 239-280). Barcelona, España: OmniaScience

Bachhav, K., & Garde, A.S. (2023). Versatile synthesis of zinc oxide nanoparticles via chemical route: A review. Materials Today: Proceedings, 103, 228-236. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.08.269

Berdini, F., Heffner, H., Marchetti, J. M., López-Corral, I., & Brigante, M. (2024). Theoreticalexperimental design of TiO2 photocatalysts for removal of emerging pollutants from water: The effect of Ga doping on photodegradation of methyl orange. Journal Of Water Process Engineering, 68, 106426. <u>https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2024.106426</u>

Braham, Z. C., Kermad, A., Korso, S. E., Ramdani, M. R., Boudjemaa, A., Bachari, K., & Braham, A. (2023). Enhancing structural properties of simple perovskite materials based on zirconate and titanate prepared by sol-gel method. Materials Chemistry And Physics, 310, 128460. https://doi.org.10.1016/j.matchemphys.2023.128460

Cabañas Polo, S. (2012). *Síntesis asistida por ultrasonido de compuestos de níquel* (Tesis doctoral, Universidad Autónoma de Madrid, Facultad de Ciencias). <u>https://repositorio.uam.es/handle/10486/11665</u>

Calliester, W.D., & Rethwisch, D.G. (2019). *Ciencia e ingeneria de los materiales*. (9° edición). Reverte.<u>https://www.google.com.mx/books/edition/Ciencia_e_ingenier%C3%ADa_de_materiale</u> <u>s/WYfyDwAAQBAJ?hl=es&gbpv=1</u>

Campaña, A., Saragliadis, A., Mikheenko, P., & Linke, P. (2023). Insights into the bacterial synthesus of metal nanoparticles. Frontiers in Nanotechnology, 5, 1-20. https://doi.org/10.3389/fnano.2023.1216921

Chang Lin, P., Lin S., Wang, P., & Sridhar R. (2014). Techniques for physicochemical characterization of nanomaterials. Biotechnology Advances. Vol. 32, 711-726. https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2013.11.006.

Cortes, P., & Pereira, J. Emulsion as templates agents using in elaboration of porous materials. Revista Ingeneria UC, 23(3), 308-318. ISSN 1316-6832.

De Hoyos-Sifuentes, D. H., Reséndiz-Hernández, P. J., Díaz-Guillén, J. A., Ochoa-Palacios, R. M., & Altamirano-Guerrero, G. (2022). Synthesis and characterization of MgFe2O4 nanoparticles and PEG-coated MgFe₂O₄ nanocomposite. Journal Of Materials Research And Technology, 18, 3130-3142. <u>https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.03.117</u>

Durán-Álvarez, J. C., Avella, E., & Zanella, R. (2015). Descontaminación de agua utilizando nanomateriales y procesos fotocatalíticos. Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria En Nanociencias Y Nanotecnología, 8(14), 17–39. https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2015.14.52510

Emadi, H., Salavati-Niasari, M., & Davar, F. (2011). Synthesis and characterisation of silver sulphide nanoparticles by ultrasonic method. Micro & Nano Letters, 6(11), 909. <u>https://doi.org/10.1049/mnl.2011.0432</u>

Esparza, R. (2020). Resolución atómica de elementos lieros utilizando HAADF y ABF-STEM con corrección de Cs y bajo voltaje. Mundo Nano, 13(25), 45-60. http://dx.doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2020.25.69636

Etefa, HF, Nemera, DJ, Etefa, KT., & Kumar, ER (2024). Evaluation of physucochemical properties of zinc oxide and indium-tin oxide nanoparticles for photocatalysis and biomedical activities, 67, 133-142. <u>https://doi.org/10.1016/j.cap.2024.08.001</u>

Fakhri, A., Pourmand, M., Raza, K., & Behrouz, (2015) S. Structural, optical, pholoinesencence and antibacterial propities of copper-dopper silver sulfide nanoparticles. Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology, 19, 78-83. https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2015.05.013

Fueaimi, P., Leeladee, P., Sapcharoenkun, C., Treetong, A., Wutikhun, T., Kasamechonchung, P., Chanpeng, K., Klamchuen., & Tuntulani. T. A facile and contollable method to fabricate Ag nanofilaments from B- Silver sulfide for highly sensitive SERS substrates. Nano-Structures & Nano-Objects, 26, 100748. <u>https://doi.org/10.1016/j.nanoso.2021.100748</u>

Gnanasekaran, L., Suresh, R., Rajendran, S., Chen, W., & Soto-Moscoso, M. (2022). Progressive yield of nickel cobaltite nanocubes for visible light utilization and degrading activities of methyl orange dye pollutant. Environmental Research, 219, 115053. https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.115053

Grudner, E. (2023). Sonoquímica: Aceleración de reacciones aplicando el ultrasonido. Caso específico: Producción combustible de origen vegetal similar al gasóleo (Diesel oil) derivado del petróleo. Rev. Tecnológica [online], 19 (25), 1-16. ISSN 1729-7532.

Guarín Llanes, CY, & Mera Benavides, AC (2014). Fotocatálisis heterogénea con TiO2 para el tratamiento de desechos líquidos con presencia del indicador verde de bromocresol. Revista Ingenierías Universidad De Medellín. 10 (19), 79–88. https://revistas.udem.edu.co/index.php/ingenierias/article/view/443

Gutiérrez, M.P., & Castellanos, M.A. Sínteis por el método sol-gelaplicado al estudio del polimorfismo en nanopartículas de TiO2. (2011). Mundonano. 4(1), 67-7. http://dx.doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2011.1.50990

Haleem, A., Jaraid, M., Pratap, R., Rab, S., & Suman, R. (2023). Applications of nanotechnology in medical field: A brief review. Global Health Journal. 7(2), 70-77. https://doi.org/10.1016/j.glohj.2023.02.008. Hasanpour, M., Motahari, S., Jing, D., & Hatami, M. (2021). Investigation of operation parameters on the removal efficiency of methyl orange pollutant by cellulose/zinc oxide hybrid aerogel. Chemosphere, 284, 131320. <u>https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.131320</u>

Hommer, H. (1998). La aplicación del ultrasonido en la Química. Profesores al día. Educación química 9 (2).

Huston, M., DeBella, M., DiBella, M., & Gupta, A. (2021). Green Synthesis of Nanomaterials. Nanomaterials, 11(8), 2130. <u>https://doi.org/10.3390/nano11082130</u>

Ibrahim, M., Camarero, P., Ming, L., Haouari, M., Amamou, N., Haro-González, P., & Hassen, F. (2023). Wet chemical synthesis of TGA capped Ag₂S nanoparticles and their use for fluorescence imaging and temperature sensing in living cells. RSC Advances, 13(50), 35065-35077. <u>https://doi.org/10.1039/d3ra06705j</u>

Ingold, M., Dapuesto, R., López, G., & Porcar, W. (2016). Una reacción multicomponente verde en el laboratorio de química orgánica. Una reacción multicomponente verde en el laboratorio de química orgánica. Educación química, 27(1), 15-20. <u>https://doi.org/10.1016/j.eq.2015.09.008</u>

Jang, J., Cho, K., Lee, S. H., & Kim, S. (2008). Synthesis and electrical characteristics of Ag2S nanocrystals. Materials Letters, 62(8-9), 1438–1440.https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.08.080

Jhuang, Y. & Cheng, W. (2016). Fabrication and Characterization of silver/titanium dioxide composite nanoparticles in ethylene glycol whit alkaline solution through sonochemical process. Ultrasonic Sonochemistry, 28, 327-333. <u>https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2015.08.011</u>

Jiang, W., Zhang, Y., Yang, D., Qiu, X., & Li, X. (2024). Ultrasonic-assited syntesis of ligninbased ultrasmall silver nanoparticles for photothermal-mediated sterilization. International Journal Of Biological Macromolecules, 262, 129827. <u>https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.129827</u>

Kalantari, S & Shokuhfar (2023). Sonochemical synthesis oh Ag doped zinc sulfide/ iron oxide nanocomposites for photocatalutic and magnetic separation applications. Optical Materials, 142, 113993. <u>https://doi.org/10.1016/j.optmat.2023.113993</u>

Karthikeyan, V., & Vijayachamundeeswari, S.P. (2022). Enhancement on the structural, functional, optical and morphological properties of temperature treated silver sulfide nanostructures. Journal of the Indian Chemical Society, 99(5), 100420. https://doi.org/10.1016/j.jics.2022.100420

Karim, A., Krishnan, S., & Shriwastav, A. (2022). An overview of heteroeneous photocatalysis for the degradation of organic compounds: A special Emphasis on photocorrosion and reusability. Journal of the Indian Chemical Society, 99(6), 100480. <u>https://doi.org/10.1016/j.jics.2022.100480</u>

Lancheros, R., Beleño, J., Guerrero, C., & Gogoy. R. Producción de nanopartículas ded PLGA por el método de emulsión y evaporación para encapsular N-Acetilcisteína (NAC). (2014). <u>http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0122-74832014000200009</u>

León-Velázquez, M., Irizarry, R., & Castro, Miguel. (2010). Nucleation and Growth of Silver Sulfide Nanoparticles. The Journal of Physical Chemistry, 114(13) 5839–5849. https://doi.org/10.1021/jp911238a

Li, M., Shah, P., Chen, P., Cui, Y., Jiang, Y., & Wang, Y. (2023). Machanims, modification and application of silver-based photocatalysis. Materials Today Sustainability, 22, 100409. https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2023.100409

Magalhães, D., Chiappim, W., Leitão, J. P., Lima, J. C., & Ferreira, I. (2020b). Microwave Synthesis of Silver Sulfide and Silver Nanoparticles: Light and Time Influence. ACS Omega, 5(22), 12877-12881. <u>https://doi.org/10.1021/acsomega.0c00656</u>

Martinez-Castañon, G.A., Sánchez-Loredo, M.G., Dorantes, H.J., Martínez-Mendoza, J.R., Ortega-Zarzosa, G., & Ruiz, F. Characterization of silver sulfide nanoparticles aynthesized by a simple precipitation method. Materials Letters, 59(4), 529-534. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2004.10.043

Ma, Y., Wan, H., Ye, Y., Chen, L., Li, H., Zhou, H., & Chen, J. (2020). In-situ synthesis of sizetunable silver sulfide nanoparticles to improve tribological properties of the polytetrafluoroethylene-based nanocomposite lubricating coatings. Tribology International, 148, 106324. <u>https://doi.org/10.1016/j.triboint.2020.106324</u>

M.C. Arenas*, L. Fernando Rodríguez, Domingo Rangel, Omar Martínez-Álvarez, C. Martínez-Alonso, V. M. Castaño. (2013). "Simple one-step ultrasonic synthesis of Anatase Titania/polypyrrole composites". Ultrasonics Sonochemistry, 20, 777-784.

Medina, M., Galván L., & Reyes, R. (2015). Las nanopartículas y el medio ambiente. Universidad, ciencia y tecnología, 19(74), 49-58. ISSN 1316-4821. http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S131648212015000100005&lng=es&nrm =iso

Mondal, S., Sabuj, M. M. A., Habib, S. B., & Rahman, M. Z. (2024). Sustainable nanotechnology and nanomaterials: Environmental and biological applications. En Elsevier eBooks (pp. 302-320). https://doi.org/10.1016/b978-0-323-96020-5.00243-0

Namakka, M., Rahman, M. R., Said, K. A. M. B., Mannan, M. A., & Patwary, A. M. (2023). A review of nanoparticle synthesis methods, classifications, applications, and characterization. Environmental Nanotechnology Monitoring & Management, 20, 100900. https://doi.org/10.1016/j.enmm.2023.100900

Nevárez-Martínez, M. C., Espinoza-Montero, P. J., Quiroz-Chávez, F. J., & Ohtani, B. (2017). Fotocatálisis: inicio, actualidad y perspectivas a través de TiO₂: Revisión bibliográfica. Avances en química, vol. 12, núm. 2-3, pp. 45-59. <u>https://www.redalyc.org/journal/933/93357608005/html/#:~:text=La%20actividad%20fotocatal</u> <u>%C3%ADtica%20es%20la,a%20de%20conducci%C3%B3n%20(BC)%20y</u> Plastun, I.L., Zakharov, A.A., Naumov, A.A., Zhulidin, P.A., & Filin, P.D. (2021). Spectral Manifestations of Bacterially Synthesized Silver Sulfide Nanoparticles Formation Molecular Mechanisms. Opt. Spectrosc. 129, 794–803 (2021). <u>https://doi.org/10.1134/S0030400X21060102</u>

Quevedo, A. C., Guggenheim, E., Briffa, S. M., Adams, J., Lofts, S., Kwak, M., Lee, T. G., Johnston, C., Wagner, S., Holbrook, T. R., Hachenberger, Y. U., Tentschert, J., Davidson, N., & Valsami-Jones, E. (2021). UV-Vis Spectroscopic Characterization of Nanomaterials in Aqueous Media. *Journal Of Visualized Experiments*, *176*. <u>https://doi.org/10.3791/61764</u>

Rafique, M., Tahir, M. B., Rafique, M. S., & Hamza, M. (2020). History and fundamentals of nanoscience and nanotechnology. Nanotechnology and Photocatalysis for Environmental Applications, 1–25. <u>https://doi.org/10.1016/b978-0-12-821192-2.00001-2</u>

Ramess, T., Madhavi, V., Rao, P.V., Vagdevi, K., Basavegowda, N., & Baek, K. (2025). Impact of ultrasonic-associated co-precipitation synthesis and ultrasonic duration on cobalt ferrite nanostructures: A comparative study of structural, morphological, optical and magnetic properties. Inorganic Chemistry Communications, 174, 114035. https://doi.org/10.1016/j.inoche.2025.114035

Rami, J., Patel, C., Patel, C., & Patel, M. (2021). Thermogravimetric analysis (TGA) of some synthesized metal oxide nanoparticles. Materials Today: Proceedings, 43, 655-659. <u>https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.12.554</u>

Rashid, A., Haque, M., Mohaimenul, SM., & Uddin, K.M. Nanotechonology-enhaanced fiberreinforced polumer composites: Recent advancements on processing techniques and applications. (2024). Heliyon, 10 (2). <u>https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e24692</u>

Raza, Z. A., Akram, H., Rehman, M. S. U., & Bhatti, I. A. (2023). Synthesis of silver sulfide nanostructures and intercalation thereof into poly(hydroxybutyrate)-based multicomponent film. Polymer Bulletin, 81, 4387–4406. <u>https://doi.org/10.1007/s00289-023-04907-1</u>

Ren, Z., Shen, C., Yuan, K., You, J., Li, N., & Xie, K. (2022). Synthesis of silver sulfide nanowires: Variation of the morphology and structure. Materials Today Communications, 31, 103719. <u>https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.103719</u>

Romero, G., & Moya, S. (2012). Chapter 4 - Synthesis of Organic Nanoparticles. Frontiers of Nanoscience, 4, 115-141. <u>https://doi.org/10.1016/B978-0-12-415769-9.00004-2</u>.

Rossel, W., Paneque, E., & Gómez, M. (2005). Evolución histórica de la morfología. Instituto Superior de Ciencias Médicas de la Habana. Facultad de Ciencias Médicas. "Enrique Cabrera" 19(1). ISSN 0864-2141. <u>http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0864-21412005000100008</u>

Saadatkhah, N., Garcia, A. C., Ackermann, S., Leclerc, P., Latifi, M., Samih, S., ... Chaouki, J. (2019). *Experimental Methods in Chemical Engineering: Thermogravimetric Analysis—TGA. The Canadian Journal of Chemical Engineering*. doi: <u>https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46139-9.00004-9</u>

Sadovnikov, S. I., & Rempel, A. A. (2015). Synthesis of nanocrystalline silver sulfide. Inorganic Materials, 51(8), 759-766. <u>https://doi.org/10.1134/s0020168515070134</u>

Sadovnikov, S. I., Rempel, A. A., & Gusev, A. I. (2018). Nanostructured silver sulfide: synthesis of various forms and their application. Russian Chemical Reviews, 87(4), 303-327. https://doi.org/10.1070/rcr4803

Sadovnikov, S. I. (2019). Liquid-Phase Synthesis of Silver Sulfide Nanoparticles in Supersaturated Aqueous Solutions. Russian Journal Of Inorganic Chemistry, 64(10), 1309-1316. <u>https://doi.org/10.1134/s0036023619100115</u>

Sadovnikov, S. I. (2023). Hydrothermal Synthesis of Silver Sulfide. Russian Journal Of Inorganic Chemistry, 68(5), 515-522. <u>https://doi.org/10.1134/s0036023623600569</u>

Sadovnikov, S. I., Kostenko, M. G., Gusev, A. I., & Lukoyanov, A. V. (2023). Low-Temperature Predicted Structures of Ag₂S (Silver Sulfide). Nanomaterials, 13(19), 2638. <u>https://doi.org/10.3390/nano13192638</u>

Sánchez Contreras, M. de los Á. (2016). Cavitación. En H. Espinosa Andrews, E. García Márquez, & E. Gastélum Martínez (Eds.), *Los compuestos bioactivos y tecnologías de extracción* (pp. 82-93). CIATEJ. ISBN 978-607-97421-5-7 https://www.researchgate.net/publication/313875152_Cavitacion#pf11

Sharma, A., Sharma, R., Thakur, N., Sharma, P., & Kumari, A. (2023). Silver sulphide (Ag2S) quantum dots synthesized from aqueous route with enhanced antimicrobial and dye degradation capabilities. Physica. E, Low-dimensional Systems And Nanostructures, 151, 115730. <u>https://doi.org/10.1016/j.physe.2023.115730</u>

Sierra, N. (2025). Sorción de agua y solubilidad de un condicionador de tejidos modificado con nanopartículas de sulfuro de plata. [Tesis Licenciatura. Escuela Nacional de Estudios Superiores Unidad León]. Direncción General de Bibliotecas. Departamento de Tesis.

Silva, J., & Medina, C. (2022). Materiales y nanomateriales. Principios, aplicaciones y técnicas de caracterización. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo (ESPOCH). http://cimogsys.espoch.edu.ec/direccion-publicaciones/public/docs/books/2024-07-24-131511-Materiales%20y%20nanomateriales.pdf

Singh, K., & Gupta, V. (2023). Field emission scanning electron microscopic, X-ray diffraction and ultraviolet spectroscopic analysis of Terminalia bellerica based silver nanoparticles and evaluation of their antioxidant, catalytic and antibacterial activity. Heliyon, 9(6), e16944. <u>https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e16944</u>

Subramaniyan, S. B., Megarajan, S., Vijayakumar, S., Mariappan, M., & Anbazhagan, V. (2019). Evaluation of the toxicities of silver and silver sulfide nanoparticles against Gram-positive and Gram-negative bacteria. IET Nanobiotechnology, 13(3), 326-331. <u>https://doi.org/10.1049/iet-nbt.2018.5221</u>

Thakar, M. A., Jha, S. S., Phasinam, K., Manne, R., Qureshi, Y., & Babu, V. H. (2022). X ray diffraction (XRD) analysis and evaluation of antioxidant activity of copper oxide nanoparticles synthesized from leaf extract of Cissus vitiginea. Materials Today: Proceedings, 51, 319-324. <u>https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.05.410</u>

Torres, R. (2023). Propiedades antifungicas de un acondicionador de tejidos enriquesido con nanopartículas. [Tesis Licenciatura. Escuela Nacional de Estudios Superiores Unidad León]. Direncción General de Bibliotecas. Departamento de Tesis. <u>Tesis Digital</u>

Torri, S., Catán, S., & Pacheco., E. (2017). Para profundizar. Compuestos de coordinación... ¿Tan complejos? Educación en la Química en Línea , 23(1 y 2), 5-26. ISSN 2344-9683

Ullah, S., Shahid, W., Shahid, S., Khan, M.I., Ansar, N., Khizar, M., Ali, S., Choi, J., Almutairi, B., & Alreshidi, M. (2023). Advancing photocatalysis: Innovative approaches using novel V₂O₅/ZnO nanocomposites for efficient photocatalytic degradation of turbatin red. Journal of Saudi Chemical Society, 27(6), 101766. <u>https://doi.org/10.1016/j.jscs.2023.101766</u>

Villastrigo, W., Castañeda, A., Davila, M., Cabello, C., & Sáenz, A. (2021). Métodos para la obtención de nanocompuestos y su aplicación en textiles. Revista Iberoamericana de polímeros, 22 (6), 263-272.

Wang, N., Fuh, J. y. H., Dheen, S. T., & Kumar, A. S. (2021). Synthesis methods of functionalized nanoparticles: a review. Bio-Design and Manufacturing, 4(2), 379-404. <u>https://doi.org/10.1007/s42242-020-00106-3</u>

Wang, J., Sun, J., & Huang, J. (2021). Synthesis ans its characterization of silver sulfide/nickel titanate/chistosan nanocomposites for photocalysis and water splitting under visible light, and antibacterial studies. Materials Chemistry and Physics. 272, 124990. DOI:10.1016/j.matchemphys.2021.124990

Yang, G., Lin, W., Lai, H., Tong, J., Lei, J., Yuan, M., Zhang, Y., & Cui, C. (2021). Understanding the relationship between particle size and ultrasonic treatment during the synthesis of metal nanoparticles. Ultrasonics Sonochemistry, 73, 105497. https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2021.105497

Yang, R., Wu, Z., Yang, Y., Li, Y., Zhang, L., & Yu, B. (2021). Understanding the origin of synergistic catalytic activities for ZnO based sonophotocatalytic degradation of methyl orange. Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineeers, 119, 128-135. https://doi.org/10.1016/j.jtice.2021.01.028

Xue, J., Li, H., Liu, J., Wang, Y., Liu, Y., Sun, D., Wang, W., Huang, L., & Tang, J. (2019). Facile synthesis of silver sulfide quantum dots by one pot reverse microemulsion under ambient temperature. Materials Letters, 242, 143-146. <u>https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.01.121</u>

Yadav, S., & Sharma, A. (2021). Importance and challenges of hydrothermal technique for synthesis of transition metal oxides and composites as supercapacitor electrode materials. Journal of Energy Storage, 44, 103295. <u>https://doi.org/10.1016/j.est.2021.103295</u>

Zailan, S. N., Mahmed, N., Bouaissi, A., Mubarokah, Z. R., Norizan, M. N., Mohamad, I. S., Yudasari, N., & Shirajuddin, S. S. M. (2024). Adsorption efficiency and photocatalytic activity of silver sulphide-activated carbon (Ag₂S-AC) composites. Inorganic Chemistry Communications, 113633. <u>https://doi.org/10.1016/j.inoche.2024.113633</u>

Zhang, W., Zhang L., Hui, Z., Xiaoping, Z., Qian, Y. (2000). Synthesis of nanocrystalline Ag2S in aqueous solution. Soil State Ionics, 130(1-2),111-114. <u>https://doi.org/10.1016/S0167-2738(00)00497-5</u>

Zhou, W., Ikuhara, Y., Zheng, Z., Wang, K., Cao, B., & Chen, J. (2023). Transmission electron microscopy (TEM) studies of functional nanomaterials. En Elsevier eBooks (pp. 467-512). <u>https://doi.org/10.1016/b978-0-12-819905-3.00017-8</u>

Zulfiqar, Z., Khan, R. R. M., Summer, M., Saeed, Z., Pervaiz, M., Rasheed, S., Shehzad, B., Kabir, F., & Ishaq, S. (2024). Plant-mediated green synthesis of silver nanoparticles: Synthesis, characterization, biological applications, and toxicological considerations: A review. Biocatalysis And Agricultural Biotechnology, 57, 103121. <u>https://doi.org/10.1016/j.bcab.2024.103121</u>