

TESIS CON CARACTER ABIERTO

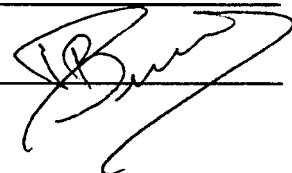
PROGRAMA: MAESTRÍA EN TECNOLOGÍA DE POLÍMEROS

AUTOR: MARCOS JOAQUÍN GUILLÉN CRUZ FIRMA _____

TITULO: Síntesis y Caraterización de un Nanocompósito Polimérico Basado en Nanopartículas de Sulfuro de Cadmio (CdS).

ASESORES: Dr. Ronald F. Ziolo FIRMA _____

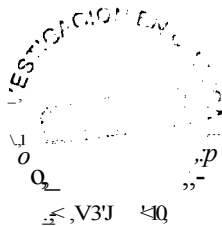
Dr. Darío Bueno Bagués FIRMA _____



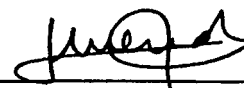
El Centro de Investigación en Química Aplicada clasifica el presente documento de tesis como ABIERTO.

Un documento clasificado como Abierto se expone en los estantes del Centro de Información para su consulta. Dicho documento no puede ser copiado en ninguna modalidad sin autorización por escrito del Titular del Centro de Información o del Director General del CIQA.

Saltillo, Coahuila, a 17 de Diciembre de 2008



Sello de la Institución



Dr. Juan Méndez Nonell
Director General del CIQA



Centro de Investigación en Química Aplicada

Tesis:

Síntesis y caracterización de un nanocompósito
polimérico basado en nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS)

Presentada por:

Marcos Joaquín Guillén Cruz

Para obtener el grado de:

Maestro en Tecnología de Polímeros

Asesores:

Dr. Ronald Francis Ziolo

Dr. Darío Bueno Baques

Saltillo, Coahuila

Diciembre, 2008

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN QUÍMICA APLICADA
Programa de Maestría en Tecnología de Polímeros

TESIS

**Síntesis y Caracterización de un Nanocompuesto Polimérico Basado en
Nanopartículas de Sulfuro de Cadmio (CdS)**

Presentada por:

MARCOS JOAQUÍN GUILLÉN CRUZ

Para obtener el grado de:


Maestro en Tecnología de Polímeros

Asesorado por:

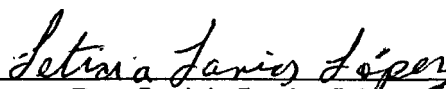
Dr. Ronald F. Ziolo

Dr. Darío Bueno Baqués

SINODALES



Dra. Ivana Moggio
Presidente



Dra. Leticia Larios López
Secretario

astaffeda

Vocal

Facio

Saltillo, Coahuila

Diciembre, 2008

DECLARACIÓN

Declaro que la información contenida en la Parte Experimental así como en la Parte de Resultados y Discusiones de este documento y que forman parte de las actividades de investigación y desarrollo realizadas durante el período que se me asignó para llevar a cabo mi trabajo de tesis, será propiedad del Centro de Investigación en Química Aplicada.

Saltillo, Coahuila a 17 de diciembre de 2009



MARCOS JOAQUÍN GUILLÉN CRUZ

Nombre y Firma

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer a todas aquellas personas que participaron en mi formación académica y personal que me ofrecieron todo su apoyo incondicional en todos los momentos vividos durante la maestría.

Al consejo nacional de ciencia y tecnología (CONACYT) por el otorgamiento de la beca para el estudio de postgrado; la cual fue de gran soporte durante los dos años de mi estancia en la ciudad de Saltillo.

A mis padres Joaquín Guillén Yuca y Reina Adelita Cruz Velasco que siempre me han apoyado en todo momento a pesar de la gran distancia (Saltillo-Chiapas), al igual que mis hermanos Víctor Hugo y Reyna Victoria, los amo, siempre están en mi mente y corazón sin importar el lugar donde me encuentre.

Al doctor Ronald Francis Ziolo y al doctor Darlo Bueno Baques por la oportunidad de participar en su grupo de trabajo y desarrollar el proyecto de tesis bajo sus asesorías, compartiendo sus conocimientos y experiencias científicas conmigo.

A mis sinodales Ivana Moggio, Leticia Larios López, Adali Castañeda Facio por las recomendaciones realizadas con el fin de mejorar el documento.

A los doctores Jorge Romero García, Eduardo Arias Marín, Luis Alfonso García Cerda por el apoyo y recomendaciones con el fin de mejorar este documento.

Al laboratorio central de instrumentación analítica de CIQA en especial a LCQ. María G. Méndez Padilla en la caracterización por Análisis Termogravimétrico y a MC. Blanca M. Huerta Martínez en la caracterización por difracción de rayos-X y a LCQ. Diana Iris Medellín Banda del laboratorio de Biopolímeros por el apoyo en la caracterización por espectroscopía UV-Vis.

A todos los compañeros del grupo del doctor Ronald: Raquel, Layza, Alma, Verónica, Mónica, Adali, Gilberto y Sagrario por haberme brindado su amistad y apoyo.

A los Pachucas: Víctor Cruz, Pablo Morones, Ernesto Hernández, y Carlos Rodríguez que siempre me han apoyado incondicionalmente en todos los momentos durante la maestría

Índice

Listado de figuras	IV
Listado de tablas	VII
Resumen	VIII
1. Introducción	1
2. Antecedentes	3
2.1 Nanotecnología	3
2.1.1 Aplicaciones de la Nanotecnología	4
2.2 Puntos Cuánticos (Quantum Dots)	5
2.2.1 Confinamiento cuántico	7
2.3 Síntesis de Nanopartículas Semiconductoras	9
2.4 Intercambiadores iónicos	9
2.5 Polielectrolitos	11
2.6 Diálisis	13
2.7 Ferrofluido	14
2.8 Magnetismo	15
2.9 Comportamiento Superparamagnético	18
2.10 Estado del Arte	19
3 Hipótesis	23
4 Objetivos	23
4.1 Objetivo General	23
4.2 Objetivo Particulares	23
5 Parte Experimental	24
5.1 Reactivos y Material	24
5.1.1 Reactivos	24
5.1.2 Materiales de laboratorio	24
5.2 Preparación de nanopartículas de CdS	25
5.2.1 Sistema 1	28
5.2.2 Sistema 2	28
5.2.3 Sistema 3	29

5.3	<i>Preparación del nanocompuesto magnético-semiconductor</i>	31
5.4	<i>Preparación de nanopartículas de seleniuro de cadmio (CdSe)</i>	32
5.4.1	Síntesis de seleniuro ácido de sodio (NaHSe).....	32
5.4.2	Preparación de nanopartículas (NPs) de CdSe.....	33
5.5	<i>Preparación de nanopartículas de telurio de cadmio (CdTe)</i>	34
5.5.1	Síntesis de telurio ácido de sodio (NaHTe).....	34
5.5.2	Preparación de nanopartículas (Np) de CdTe.....	35
5.6	<i>Técnicas de caracterización para los nanocompuestos</i>	35
5.6.1	Difracción de rayos-X (XRD).....	36
5.6.2	Espectroscopia UV-Visible (UV-Vis).....	37
5.6.3	Microscopía Electrónica de Transmisión (fEM)	39
5.6.4	Análisis Termogravimétrico (TGA).....	40
5.6.5	Análisis por Magnetometría	40
6	Resultados y Discusiones	41
6.1	<i>Caracterización para el sistema 1</i>	41
6.1.1	Caracterización por Difracción de Rayos-X (XRD).....	41
6.1.2	Espectroscopia UV-Visible (UV-Vis).....	44
6.1.3	Análisis Termogravimétrico (TGA).....	46
6.2	<i>Caracterización para el sistema 2</i>	48
6.2.1	Caracterización por Difracción de rayos-X (XRD)	48
6.2.2	Caracterización por Espectroscopia de UV-Vis (UV-Vis)	49
6.2.3	Análisis Termogravimétrico (TGA).....	52
6.2.3.1	Muestra secada por liofilizado.....	52
6.2.3.2	Muestra secada a temperatura ambiente.....	54
6.3	<i>Caracterización para el sistema 3</i>	55
6.3.1	Caracterización por Difracción de rayos-X (XRD)	56
6.3.2	Caracterización por Espectroscopia de UV-Vis (UV-Vis)	58
6.3.3	Análisis Termogravimétrico (TGA).....	60
6.3.3.1	Muestra secada por liofilizado.....	60
6.3.3.2	Muestra secada a temperatura ambiente.....	61
6.4	<i>Análisis elemental del Sistema 2</i>	63
6.5	<i>Caracterización por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) para el sistema 2</i>	67
6.6	<i>Caracterización por Magnetometría</i>	69
6.7	<i>Caracterización de las nanopartículas de CdSe y CdTe</i>	70
6.7.1	Caracterización para el CdSe.....	70
6.7.2	Caracterización para el CdTe	72
7	Conclusiones	74

8	Trabajo a futuro	76
9	Referencias	77

Listado de figuras

Figura 1.-Imágenes de: (a)glóbulos blancos, (b) bacteria *E. coli*, (c) virus, (d)polímero, (e) Q-rod y (f) Quantum Dot (QD)[3]. 3

Figura 2.- Comparación de niveles electrónicos: átomo, masa y punto cuántico [$g(E)$ =densidad de estados, E =energía]..... 6

Figura 3.- Dimensión de un semiconductor comparado con el Radio del Excitón de Bohr. 7

Figura 4.- Semiconductor más pequeño que el Radio del Excitón de Bohr. 7

Figura 5.- Un electrón en una caja nanométrica (el tamaño L es del orden de un millonésimo de milímetro). Donde $\psi_n(x)$ es la función de onda que representa al electrón. $|\psi_n(x)|^2$ es la probabilidad de encontrar al mismo en cualquier lugar dentro de la caja. Las energías E correspondientes a cada estado, representado por el índice n , están dadas a la derecha. 8

Figura 6.- Esquema general de los intercambiadores iónicos..... 11

Figura 7.- Estructura de algunos Po/electrolitos. 12

Figura 8.- Proceso de diálisis. 13

Figura 9.- Ferro/luido bajo la influencia de un campo magnético..... 14

Figura 10.- Clasificación de algunos comportamientos magnéticos 17

Figura 11.- curva de histéresis para un material superparamagnético... 19

Figura 12.- Esquema de fabricación de microcápsulas y encapsu/ación de nanopartículas[24]..... 20

Figura 13.- Esquema de detención y separación de células cancerígenas de senos[25] 21

Figura 14.- /mágenes de fluorescencia conteniendo 51% en peso de nanopartículas de óxido de hierro y 150 μ M de QD, a) sin campo magnético, las gotitas tienen movimiento browniano. b) las líneas del campo son paralelas a la superficie de la cubierta. c) las líneas del campo son perpendiculares a la superficie de la cubierta[26]..... 21

Figura 15.- Esquema de reacción para la funcionalización de las microesferas de sílica[27] 22

Figura 16.- Esquema general de la síntesis de CdS en la matriz de PSSNa 25

Figura 17.- Esquema del proceso empleado en el Sistema 1. 26

Figura 18.- Difusión de los iones HS^- hacia el contenido de la membrana de diálisis, HS^- , H_2O a $\frac{O}{y}$ y Cd^{+2} 27

Figura 19.- Esquema del Sistema 2. 28

Figura 20.- Esquema del Sistema 3. 30

Figura 21.- a) difusión de los iones Cd^{+2} hacia adentro de la membrana de diálisis. Cd^{+2} , H_2O a $\frac{O}{y}$ 31

Figura 22.- Esquema general en la obtención del nanocompuesto magnético-semiconductor 31

Figura 23.- Preparación de NaHSe..... 33

Figura 24.- Preparación de NaHTe..... 34

Figura 25.- Difractómetro SIEMENS 05()()0. 36

Figura 26.- Preparación de muestra secada al medio ambiente 37

Figura 27.- preparación de muestra /iofilizada 37

Figura 28.- Espectrofotómetro UV-2401 PC. 38

Figura 29.- Técnica de centrifugado a) depositación de la solución en la superficie del sustrato, b) esparcimiento de la solución y c) centrifugado (evaporación del solvente por fuerza centrífuga a las revoluciones por minuto y formación de películas).....	38
Figura 30.- Microscopio electrónico de Transmisión TITÁN 80-300.....	39
Figura 31.- Depositación de la solución en la rejilla para TEM.....	39
Figura 32.- Equipo TGA Q500 de TA Instruments.....	40
Figura 33.- Equipo de Quantum design del tipo Physical Property Measurement System (PPMS).....	40
Figura 34.- Patrón de difracción de Rayos-X del Sistema 1, a) patrón de difracción de muestra liofilizada, de arriba hacia abajo se muestran las líneas verticales correspondientes a los máximos de difracción de Cd(OH) ₂ , CdS con estructura cúbica Hawleyite y del Cadmio.....	42
Figura 35.- Disociaciones del sulfuro de sodio en el agua.....	43
Figura 36.- Espectros de UV-Vis: Sistema 1, solución de poliestireno sulfonado de sodio al 4%.....	44
Figura 37.- Espectro UV-Vis para Sistema 1.....	45
Figura 38.- Termograma para el Poliestireno sulfonado de sodio.....	47
Figura 39.- Termograma para el Sistema 1.....	47
Figura 40.- Patrón de difracción de Rayos-X poro el Sistema 2, a) patrón de difracción de muestra liofilizada, b) patrón de difracción de muestra secada al medio ambiente c) líneas verticales indican la reflexión de CdS en masa con estructura cúbica Haw/eyite.....	49
Figura 41.- Espectros de absorción de UV-Vis: Sistema 2, poliestireno sulfonado de sodio al 4% y CdS en masa.....	50
Figura 42.- Espectro de UV-Vis para el Sistema 2.....	51
Figura 43.- Termograma poro el Sistema 2, muestra secada por liofilizado.....	52
Figura 44.- Muestra secado al medio ambiente para la Sistema 2.....	54
Figura 45.- PSS cargada con iones Na ⁺ y CdS, Na ⁺ , Hz() y CdS, Na ⁺ , H ₂ O :.9 ⇌ y CdS.....	56
Figura 46.- Disociación de nitrato de cadmio en agua.....	56
Figura 47.- Patrón de difracción de Rayos-X del Sistema 3, a) muestra liofilizada, b) muestra secada temperatura ambiente. En la parte inferior: líneas verticales indican la reflexión de CdS en masa con estructura cúbica Hawleyite.....	57
Figura 48.- Espectros de UV-Vis: Sistema 2 y 3, PSSNa al 4%, CdS en masa.....	58
Figura 49.- Espectro de UV-Vis poro el Sistema 3.....	59
Figura 50.- Sistema 3 secado por liofilizado.....	61
Figura 51.- Sistema 3 secado a temperatura ambiente.....	62
Figura 52.- Esquema de la estructura principal del producto obtenido (poliestireno sulfonado de sodio con la nanopartícula de CdS).....	64
Figura 53.- Esquema general de la reacción de intercambio iónico de una resina.....	64
Figura 54.- Estructura de poliestireno sulfonado de sodio con partículas de CdS con algunos sitios cargados con iones Cd.....	66
Figura 55.- Micrografía (TEM) 80000X, Nanocompósito PSS-CdS.....	67
Figura 56.- Micrografía (TEM), Nanocompósito PSS-CdS.....	68
Figura 57.- Distribución de tamaño de partícula de CdS en PSSNa.....	68
Figura 58.- Lazo de histéresis del nanocompósito magnético-semiconductor.....	70
Figura 59.- Patrón de difracción de Rayos-X para el CdSe, a) patrón de difracción de muestra liofilizada, sección de abajo, líneas verticales indican la reflexión de CdSe estructura cúbica.....	71

Figura 60.- Patrón de difracción de Rayos-X para el CdTe, a) patrón de difracción de muestra liofilizada, sección de abajo, líneas verticales indican la reflexión de CdTe estructura cúbica..... 72

Listado de tablas

Tabla 1.- unidades magnéticas..... 16
Tabla 2.- Tamaño de partícula y banda prohibida por UV-Vis para el sistema 2 y 3..... 59
Tabla 3.- Porcentaje de los elementos del producto obtenido (propuesto) para el sistema 2. 63
Tabla 4.- porcentaje teórico y porcentaje obtenido par análisis elemental (muestra liofilizada y secada al medio ambiente) para la estructura principal del sistema 2. 65

Resumen

Nanopartículas de maghemita (γ -Fe₂O₃) fueron incorporadas satisfactoriamente a un nanocompuesto basado en nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS/PSSNa/ γ -Fe₂O₃). Las nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS) se obtuvieron por medio de intercambio iónico en una matriz de poliestireno sulfonado de sodio (PSSNa). Las mejores condiciones para la obtención de las nanopartículas de CdS fueron identificadas como resultado de la forma de adicionar los reactivos precursores (nitrato de cadmio y sulfuro de sodio) de estas, en forma *in-situ* y *ex-situ*.

La caracterización del nanocompuesto CdS/PSSNa fue realizada por difracción de rayos-X, análisis termogravimétrico, análisis elemental, espectroscopia de UV-Vis y Microscopia Electrónica de Transmisión. El nanocompuesto magnético/semiconductor (CdS/PSSNa/ γ -Fe₂O₃) se caracterizó por Magnetometría de muestra vibrante.

Las nanopartículas de CdS obtenidas fueron monocristalinas y policristalinas de fase cubica (estructura *zinc-blend*) con tendencia a ser esféricas con un diámetro promedio de 8 ± 0.6 nm y en el nanocompuesto CdS/PSSNa/ γ -Fe₂O₃ fue confirmado su comportamiento magnético.

1. Introducción

En los últimos años la nanotecnología ha captado la atención de los investigadores de todo el mundo, debido a las aplicaciones potenciales que esta tiene en la ciencia moderna. La rápida expansión de este campo ha generado la creación de nuevos materiales compuestos o híbridos. Los materiales compuestos por dos o más componentes en los que al menos uno de ellos tiene dimensiones en escala nanométrica son referidos como Nanocompuestos.

Las partículas semiconductoras de cadmio calcógenos, los cuales incluyen al CdS, CdSe y CdTe, actualmente son de gran interés debido a que sus propiedades cambian totalmente cuando estas se reducen a escalas nanométricas. Estos materiales se pueden utilizar en diversas áreas y tienen aplicaciones potenciales incluyendo dispositivos electroluminiscentes, celdas fotovoltaicas, catalizadores y como etiquetas biológicas.

Debido a esto un área que actualmente está emergiendo es la incorporación de nanopartículas (NP) semiconductoras en matrices poliméricas. Los dispositivos basados en nanocompuestos semiconductores de polímero-nanopartículas pueden ser fácilmente procesados en diferentes geometrías, morfologías, y composiciones, por lo tanto se facilita el control sobre diferentes propiedades electro y magneto-ópticas. En este tipo de Nanocompuestos, se destaca el uso del poliestireno como matriz polimérica[1] ya que ópticamente este es transparente en la región visible dejando así que las propiedades ópticas sean gobernadas solamente por las NPs.

La dispersión de nanopartículas semiconductoras en un polímero puede llevarse a cabo *in-situ* y *ex-situ*. En un trabajo previo, Ziolo y colaboradores[2], demostraron la

capacidad de las resinas de intercambio iónico de poliestireno sulfonado, entrecruzado y no entrecruzado, para sintetizar nanocompuestos magnéticos. En todos los casos, se encontró que la matriz de poliestireno sulfonado juega un rol crítico en el control de la fase, tamaño, morfología y cristalinidad de las nanopartículas. Los resultados obtenidos de estos estudios mostraron que la interfase partícula/polímero resulta ser un factor determinante en las propiedades ópticas, eléctricas y físicas de los nanocompuestos[2].

La búsqueda de nuevos materiales con propiedades novedosas se ha direccionado en la obtención de materiales híbridos pues tienen un gran atractivo por la combinación de sus propiedades en un solo material, es por ello la razón de ser de este proyecto donde se propone la síntesis y caracterización de un nanocompuesto que contiene nanopartículas magnéticas (magnetita) y semiconductoras (CdS) todas ellas en una matriz polimérica (PSSNa).

2. Antecedentes

2.1 Nanotecnología

La nanotecnología es el entendimiento y control de la materia en dimensiones aproximadamente de 1 a 100nm. ¿Pero que realmente significa nano? El prefijo "nano" significa un Milmillonésimo, y un nanómetro es 1/1000, 000,000 de un metro, alrededor de cuatro veces el diámetro de un átomo. La **Figura 1** muestra algunos materiales para tener una idea de la escala nanométrica: el tamaño de las células humanas de glóbulos blancos es de 10000 nm; células de las bacterias E. coli están a 1000 nm; una célula viral esta a 100 nm; un Polímero coloidal esta a 40 nm; un Quantum-rod (Q-rod) está a 30 nm con una relación de aspecto de 10:1; y un Quantum Dot (QD) está a 7 nm en diámetro. [3]

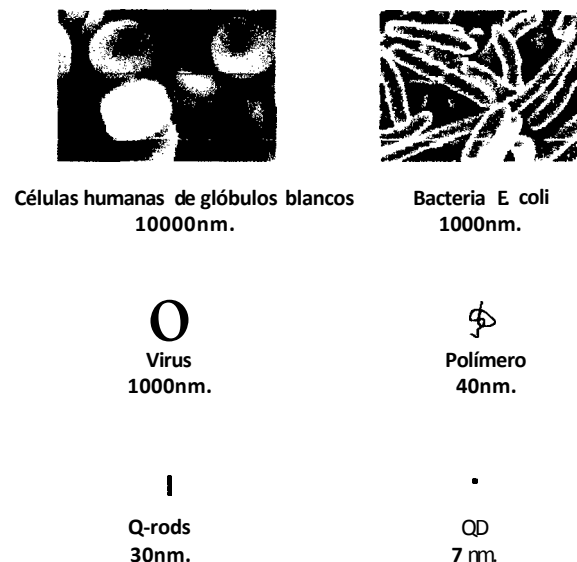


Figura 1.-Imágenes de: (a)glóbulos blancos, (b} bacteria E. coli, (c} virus, (d}polímero, (e} Q-rod y (f} Quantum Dot (QD)}f3].

Durante las últimas décadas los investigadores han intensificado sus esfuerzos para entender el comportamiento de los materiales con una dimensión menor a 100 nm. Las propiedades de los materiales, tales como la dureza, la conductividad eléctrica, la actividad catalítica, las propiedades ópticas y las magnéticas, entre otras, dependen tanto de la

composición química como de las dimensiones y morfología de los cristales que los conforman[1].

Por citar un ejemplo del efecto de la reducción del tamaño en las propiedades de los materiales podemos considerar al oro. En el oro se ha constatado que partículas de un tamaño aproximado de un nanómetro (unos 100 átomos solamente) presentan magnetismo permanente a temperatura ambiente, mientras que en masa esa propiedad no se presenta debido a que el oro es un metal diamagnético[4, 5]. De igual forma, propiedades como conductividad y color cambian al pasar a la escala nanométrica[6].

2.1.1 Aplicaciones de la Nanotecnología

Hoy en día la incorporación de nanopartículas en los materiales, ya sea con el objetivo de reforzarlos o brindarles nuevas propiedades, está influyendo considerablemente en la Industria Automotriz y Aeronáutica. La creación de nuevos dispositivos basados en pozos cuánticos, superredes, alambres cuánticos y recientemente puntos cuánticos, está revolucionando la electrónica y las comunicaciones. Particularmente, nuevas aplicaciones médicas se han considerado como resultados de las propiedades de los puntos cuánticos[1-9].

Un gran número de estrategias químicas se han estudiado para producir QDs de semiconductores especialmente de Sulfuro de Cadmio (*CdS*)[10], Seleniuro de Cadmio (*CdSe*)[11], Teluro de Cadmio (*CdTe*)[12]. Recientes avances en el control de tamaño y su distribución han sido introducidos en estos sistemas para obtener materiales con aplicaciones potenciales como etiquetas biológicas, dispositivos emisores de luz y celdas solares. Quizás una de las aplicaciones que mayor atención ha recibido es su uso como etiquetas fluorescentes con emisión en la región visible del espectro, para la detección de una gran variedad de compuestos entre ellas células cancerígenas[13].

2.2 Puntos Cuánticos (Quantum Dots)

Los puntos cuánticos son nanopartículas semiconductoras formadas por elementos de los grupos 11-VI o 10-V. cuyo tamaño es inferior al Radio del Excitón de Bohr [J4].

Debido a esto, el movimiento de los electrones están confinados en tres dimensiones dando lugar a una estrecha densidad de estado [sharp density of states (DOS)], parecidos al caso de los átomos, por esta razón a veces también son llamados átomos artificiales esto se puede apreciar en la Figura 2, [J5].

Los electrones en los puntos cuánticos tienen una gama discreta de energías. Los conceptos de niveles de energía, banda prohibida (band gap), banda de conducción y la banda de valencia se siguen aplicando. Sin embargo, hay una gran diferencia al tener el material en masa, respecto de tenerlo en escala nanométrica. Los excitones tienen un promedio de separación entre hueco-electrón, referido como el Radio del Excitón de Bohr. Esta distancia física es diferente para cada material.

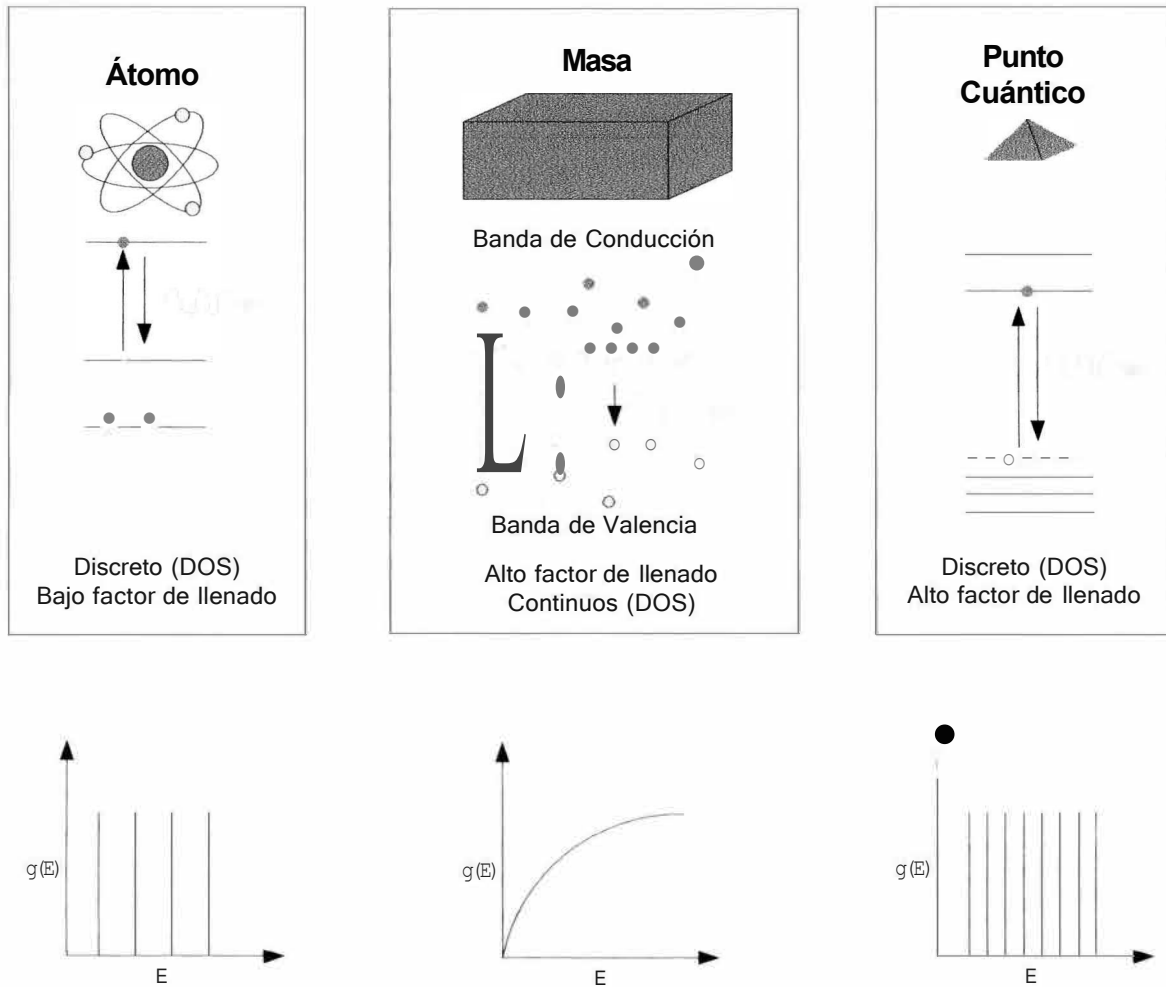


Figura 2.- Comparación de niveles electrónicos: átomo, masa y punto cuántico [$g(E)$ =densidad de estados, E = energía].

En masa, las dimensiones de los cristales semiconductores son mucho mayores que las del Radio del Excitón de Bohr tal como se puede apreciar en la Figura 3. Sin embargo, si el tamaño de un cristal semiconductor se vuelve lo suficientemente pequeño tanto que se acerca al tamaño del Radio del Excitón de Bohr como podemos ver en la Figura 4, entonces los niveles de energía de los electrones ya no pueden ser tratados como continuos. Estos deben ser tratados como discretos.

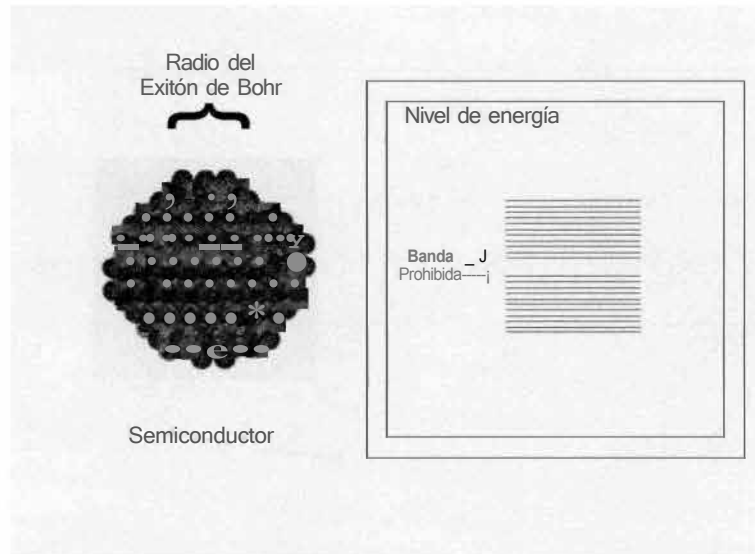


Figura 3.- Dimensión de un semiconductor comparado con el Radio del Excitón de Bohr.

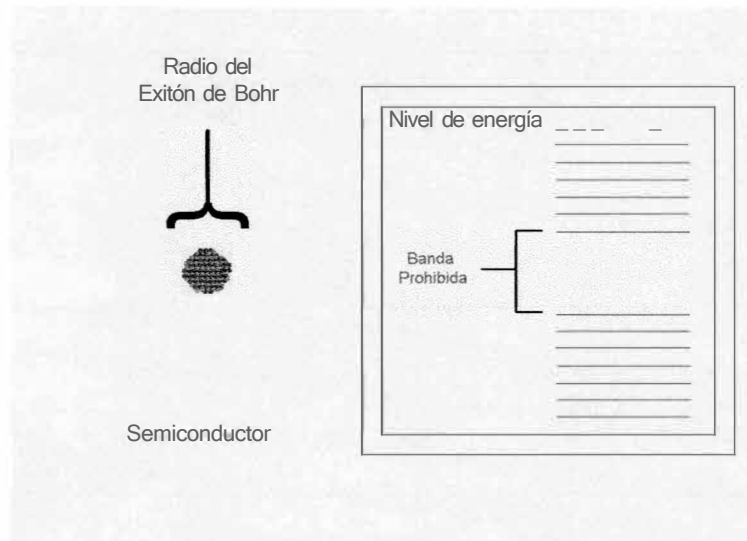


Figura 4.- Semiconductor más pequeño que el Radio del Excitón de Bohr.

2.2.1 Confinamiento cuántico

Cuando los electrones en un material se encuentran restringidos a moverse en una región muy pequeña del espacio se dice que están confinados. Cuando esta región es tan pequeña que es comparable a la longitud de onda asociada al electrón (llamada longitud de

De Broglie), entonces comienza a observarse lo que se denomina "comportamiento cuántico".

Para ejemplificar este comportamiento consideremos el esquema mostrado en la **Figura 5**. Correspondiente a una partícula (que podría ser un electrón) confinada en una región muy pequeña del espacio que llamaremos *caja*. La Mecánica Cuántica dice que esta partícula no puede encontrarse en cualquier estado, sino que su función de onda asociada debe tener nodos (ser cero) en las paredes de la caja. El estado de más baja energía se corresponde con la onda más simple, siendo los estados más energéticos los que tienen más nodos en el interior de la caja cuántica, o, equivalentemente, las ondas con frecuencias más grandes.

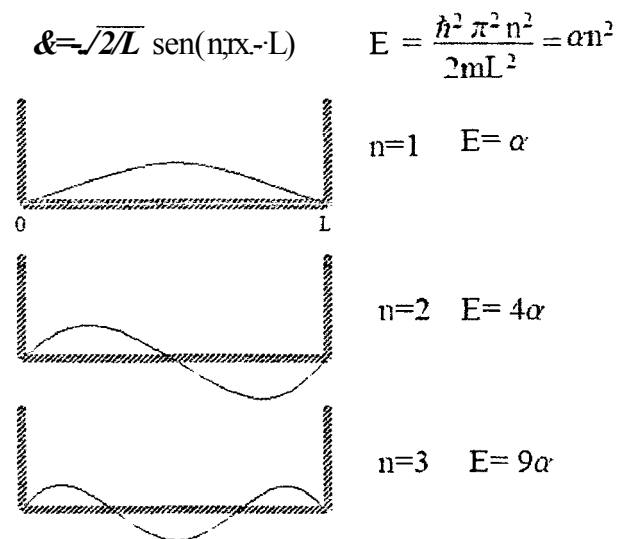


Figura 5.- Un electrón en una caja nanométrica (el tamaño L es del orden de un millonésimo de milímetro). Donde $\psi(x)$ es la función de onda que representa al electrón. $|\psi(x)|^2$ es la probabilidad de encontrar al mismo en cualquier lugar dentro de la caja. Las energías E correspondientes a cada estado, representado por el índice n , están dadas a la derecha.

Como el electrón no puede tener cualquier estado o energía, se dice que los estados están "cuantizados" o "discretos". Es por ello que la energía potencial mínima de un electrón confinado dentro de una nanopartícula es mayor que la esperada en física clásica y

los niveles de energía de sus diferentes estados electrónicos son discretos. Debido al confinamiento cuántico, el tamaño de la partícula tiene un efecto drástico sobre la densidad de estados electrónicos y por ello sobre la respuesta óptica de esta.

2.3 Síntesis de Nanopartículas Semiconductoras

Los métodos de obtención de nanoestructuras semiconductoras se agrupan en dos: físicos y químicos[J6, 17].

Físicos: Epitaxia de haces moleculares y métodos litográficos.

Químicos: crecimiento por difusión-controlada en matrices de vidrio y borosilicatos y química coloidal. Además pueden obtenerse por intercambio iónico y precipitación *in-situ*.

2.4 Intercambiadores iónicos

Los intercambiadores iónicos (**Figura 6**) constituyen un grupo de materiales muy heterogéneo, cuya característica común es que contienen una carga eléctrica fija capaz de enlazar a iones de carga opuesta. Se clasifican en dos grandes grupos: intercambiadores orgánicos e intercambiadores inorgánicos. Ambos grupos incluyen materiales sintéticos y naturales.

Entre los intercambiadores iónicos inorgánicos naturales se encuentran las zeolitas y las arcillas minerales. En el caso de los sintéticos tenemos como ejemplo el fosfato de titanio y zeolitas sintéticas.

Los intercambiadores iónicos orgánicos, pueden ser naturales ó sintéticos. Entre los naturales se encuentra la celulosa, el ácido algínico y el dextrano. Los intercambiadores sintéticos están formados por resinas entrecruzadas y no entrecruzadas.

Las resinas de intercambio iónico entrecruzadas y las no entrecruzadas pueden ser de dos tipos: catiónicas o aniónicas, dependiendo de la carga del grupo a intercambiar. En una resina de intercambio catiónica el grupo funcional es en general ácido sulfónico ($R-SO_3H$) o ácido carboxílico ($R-COOH$) y las resinas de intercambio aniónicas contienen grupos amina o grupos amonio *cuatemario*[J8-20].

Las resinas entrecruzadas están constituidas por un soporte o matriz insoluble, al que están unidos covalentemente grupos funcionales inmóviles cargados (llamados grupos intercambiadores). Su carga está neutralizada por iones de carga opuesta que pueden intercambiarse reversiblemente con otros iones presentes en la solución en contacto con esta resina.

Las resinas no entrecruzadas mejor conocidas como polielectrolitos son polímeros con grupos ionizables que en solventes polares, como el agua, se disocian en polímeros cargados e iones pequeños de carga opuesta. En solución estas sustancias pueden adoptar distintas conformaciones desde la de ovillo aleatorio a la de cadena estirada, dependiendo de la naturaleza química del sistema polímero-solvente, de la temperatura y de la fuerza iónica de la solución. Un esquema general de los intercambiadores iónicos se muestra en la **Figura 6**.



Figura 6.- Esquema general de los intercambiadores iónicos

2.5 Polielectrolitos

Los polielectrolitos son polímeros formados por monómeros ionizables, que en solución acuosa se disocian resultando en una cadena polimérica con múltiples cargas y sus respectivos iones opuestos. Algunos ejemplos de polielectrolitos se esquematizan en la Figura 7.

Las propiedades de estos polímeros en soluciones y con la superficie cargada dependen de la fracción de grupos iónicos disociados, de la calidad del solvente hacia la estructura del polímero, de la constante dieléctrica de la solución, la concentración de la sal, y de las interacciones del polímero-substrato.

Los polielectrolitos se clasifican en débiles y fuertes. En el caso de los polielectrolitos débiles, las unidades cargadas de los monómeros se derivan de un ácido débil, como por ejemplo, monómeros con grupos ácidos. En solución, no se disocian todos los grupos y el grado de disociación depende del pH de la solución; cada encadenamiento se puede ver como un copolímero al azar de monómeros con grupos COO^- y COOH que alternan. Para los polielectrolitos fuertes, ejemplo, con las unidades de SO_3H derivadas de un ácido fuerte, se disocian todos los monómeros y las cargas se dicen que están apagadas. También los polielectrolitos son llamados débilmente cargados cuando una pequeña fracción de los monómeros se cargan; en este caso las interacciones de Van der Waals son predominantes, cuando estos están altamente cargados son las interacciones Columbianas las que predominan[21].

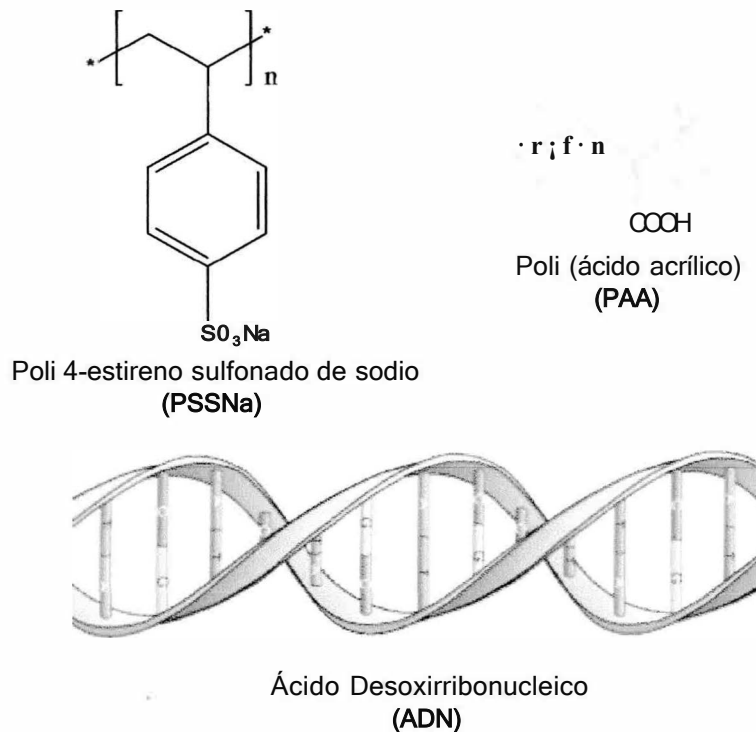


Figura 7.- Estructura de algunos Polielectrolitos.

2.6 Diálisis

La diálisis es el proceso de separación de los elementos presentes en una solución por difusión a través de una membrana semipermeable (Figura 8). La membrana es atravesada por un disolvente y partículas pequeñas de bajo peso molecular, y este movimiento se realizará a favor del gradiente de concentración, es decir de la concentración más alta a la más baja.

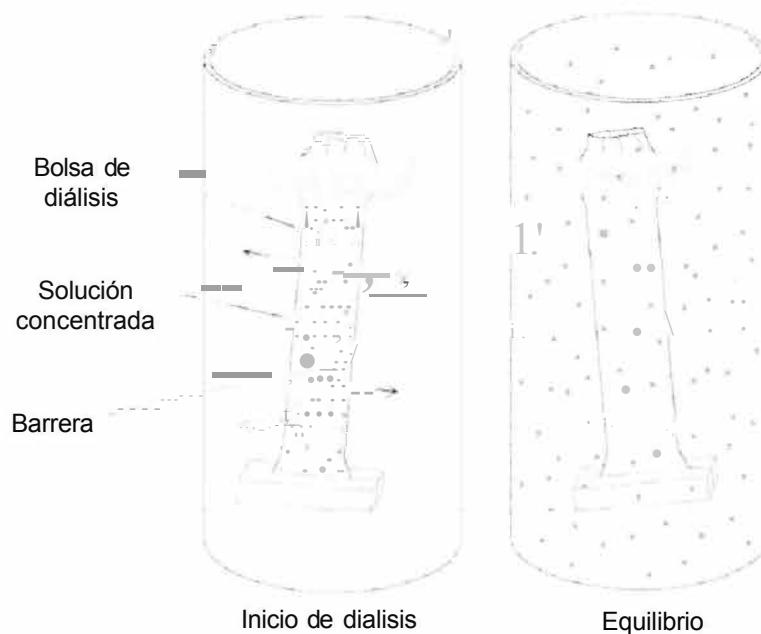


Figura 8.- Proceso de diálisis.

La difusión es un proceso físico basado en el movimiento al azar de las partículas hasta lograr la distribución homogénea de las mismas. Esta puede implicar el movimiento de átomos, moléculas o iones de una región de mayor concentración a una de menor concentración sin requerir gasto de energía. En el caso de una membrana permeable puede

haber paso de partículas y disolvente, siempre también a favor del gradiente de concentración.

De esta forma la diálisis retiene las proteínas, polielectrolitos y moléculas de gran tamaño en el interior de la membrana de diálisis, mientras que permite que la concentración de otros solutos que se encuentran en la preparación se modifique hasta alcanzar una situación de equilibrio con la solución que se encuentra fuera de la membrana.

Algunas aplicaciones de la diálisis son: eliminación de sales, concentración de muestras, eliminación de solutos de pequeño tamaño.

2.7 Ferrofluido

Los ferrofluidos (Figura 9) consisten en nanopartículas magnéticas coloidales dispersas y estabilizadas en un líquido portador como lo son el agua, alcohol, hidrocarburos o aceites. Este tipo de materiales forman parte de una generación de materiales magnéticos con propiedades novedosas.

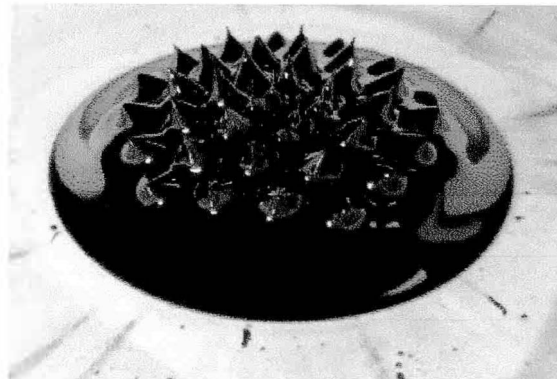


Figura 9.- Ferrofluido bajo la influencia de un campo magnético

La principal característica de los ferrofluidos es que tiene el comportamiento de un líquido; durante este estado las partículas se encuentran dispersadas aleatoriamente por todo el fluido sin presentar señales de magnetización. La estabilidad de los ferrofluidos se logra mediante el recubrimiento de las partículas magnéticas con moléculas de un surfactante de cadena larga. La tarea del surfactante es producir la repulsión entrópica necesaria para vencer la intensa atracción de Van der Waals entre las partículas que de otra forma producirían un aglomerado con la consecuente inestabilidad coloidal favoreciendo la precipitación.

Las nanopartículas magnéticas contenidas en estos materiales son de aproximadamente de 5 a 10 nm y generalmente están compuestas de maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) o magnetita (Fe_3O_4). Su aspecto en general adquiere tonalidades ámbar hasta café oscuro, es una solución homogénea y estable en condiciones normales; sin embargo bajo el efecto de un campo magnético forma estructura sólidas definidas acomodadas en cierto orden.

Dentro del sistema de un ferrofluidos existe un balance entre los tres tipos de fuerzas presentes; primero se encuentran las fuerzas repulsivas ocasionadas por la capa que, rodea a las nanopartículas, formada por el surfactante que evita la aglomeración; las fuerzas de atracción de Van der Waals y las interacciones magnéticas dipolo-dipolo que puede ser de atracción o repulsión dependiendo de la orientación de los momentos de dipolo.

2.8 Magnetismo

La naturaleza del magnetismo es bipolar, ya que siempre se encuentra dos polos magnéticos o centro del campo magnético, separados por una distancia determinada. Este comportamiento se extiende hasta los pequeños dipolos magnéticos encontrados en algunos átomos. El campo magnético se produce o bien por materiales imanados (metales como hierro, cobalto y níquel que una vez imanados a temperatura ambiente pueden generar un

fuerte campo magnético a su alrededor) o por conductores portadores de la corriente eléctrica. Las unidades usadas para medir las magnitudes magnéticas son:

Tabla 1- unidades magnéticas

Magnitud magnética	Unidad de SI	Unidad cgs
Inducción Magnética	Weber/metro ² (Wb/m ²) o tesla (T)	Gauss (G)
Campo aplicado	Amperio/metro (Nm)	Orsted (Oe)
Imanación	Amperio/metro (Nm)	Emu/cm ⁻¹

La inducción magnética es la suma de un campo aplicado y el campo externo proveniente de la imanación de un objeto dentro del campo. Las unidades del S.I. son más usadas para documentos aplicados a la ingeniería, mientras que las unidades cgs son más usadas en artículos y reportes científicos.

Existen varias formas de comportamiento magnético o tipos de magnetismo (**Figura 10**): el ferromagnetismo, el diamagnetismo y el paramagnetismo. Esto se debe precisamente a las propiedades magnéticas de los materiales. En la parte de abajo presenta una clasificación de los tipos de magnetismo.

- **Diamagnetismo;** propiedad de los materiales por la cual se magnetizan débilmente en sentido opuesto a un campo magnético aplicado. Ejemplo de materiales diamagnéticos: Bismuto (Bi), Plata (Ag), Plomo (Pb), Agua.
- **Paramagnetismo;** propiedad de los materiales por la que se magnetizan en la misma dirección que un campo magnético aplicado; pero el efecto desaparece cuando se elimina este campo. Algunos materiales paramagnéticos son: Aluminio (Al), Paladio (Pd).
- **Ferromagnetismo;** propiedad de algunos materiales que hace que resulten intensamente imantados cuando se sitúan en un campo magnético, y conserven parte de su imantación cuando desaparece dicho campo.

- o **Ferromagnetismo;** es un fenómeno físico en el que se produce ordenamiento magnético en la misma dirección y sentido. Ejemplo: Hierro (Fe), Cobalto (Co), Níquel (Ni).
- o **Antiferromagnetismo;** es el ordenamiento magnético en donde todos los momentos magnéticos se alinean por sí mismo en direcciones opuestas. Ejemplo: Óxido de Manganeso (MnO₂).
- o **Ferrimagnetismo;** es el ordenamiento magnético en donde los momentos magnéticos se alinean de la misma manera que en el comportamiento antiferromagnético, sin embargo en un material ferrimagnético la alineación magnética en dirección opuesta es desigual produciendo un momento magnético neto en una dirección. Ejemplo: Ferrita.

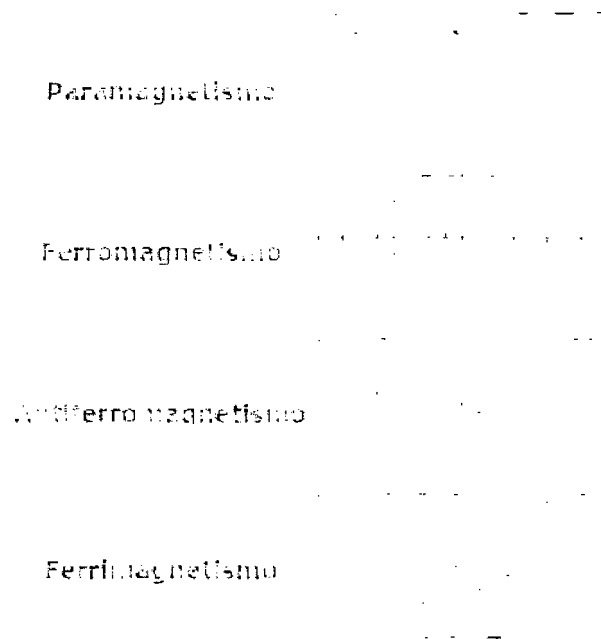


Figura 10.- Clasificación de algunos comportamientos magnéticos

2.9 Comportamiento Superparamagnético

El superparamagnetismo es resultado de la anisotropía magnética. La aparición de este comportamiento en materiales magnéticos es consecuencia de la disminución del tamaño de sus partículas. En los óxidos de hierro este efecto aparece a temperatura ambiente para tamaños de partículas inferiores a 10 nm [23].

Tipos de magnetismos como el Ferromagnetismo, Antiferromagnetismo y Ferrimagnetismo presentan este fenómeno que está directamente ligado con el tamaño de las nanopartículas (NP) magnéticas y solamente partículas con diámetro menor de 30nm son superparamagnéticas. Conforme el tamaño de la partícula magnética disminuye, otros puntos críticos aparece donde la coercitividad es igual a cero. En este punto la partícula se vuelve superparamagnética.

En este tipo de comportamiento, no existe magnetización durante la ausencia de un campo magnético; sin embargo cuando es aplicado el campo se presenta la alineación de los momentos magnéticos presentes, cuando el campo aplicado es retirado los momentos pierden su alineación instantáneamente debido a la baja coercitividad. Esta conducta es análoga al paramagnetismo, excepto que en este caso no se refiere a un solo átomo, sino a toda una partícula que representa un dominio único. **(Figura 11)**.

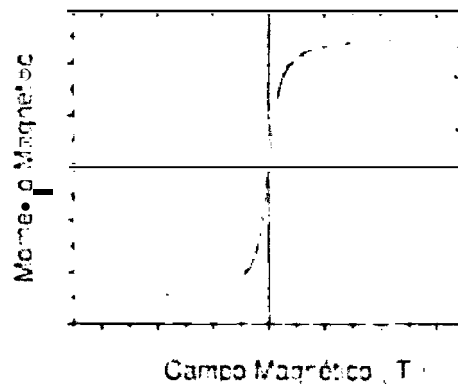


Figura 11.- curva de histéresis para un material superparamagnético

Este comportamiento magnético es la característica principal de nanopartículas en el ferrofluido, presentando aplicaciones potenciales en equipos electrónicos como copiadoras, impresoras, bocinas y en aplicaciones médicas como el transporte y depósito de medicamentos en el cuerpo humano.

2.10 Estado del Arte

La búsqueda de nuevos materiales con propiedades totalmente novedosas y atractivas las cuales buscan solucionar problemas de la humanidad, ha conllevado al estudio intensivo de materiales con propiedades totalmente nuevas y diferentes las cuales no se tienen en masa, *materiales en escala manométrica*, a la vez también en la obtención de materiales híbridos esto con la finalidad de obtener dos o más propiedades en un solo material y hacerlo más eficiente.

Dentro de los materiales a escala nanométricas estudiados son los puntos cuánticos (QD) ó nanocristales semiconductores estos han sido intensamente investigados ya que exhiben propiedades únicas como, banda de emisión estrecha con una excitación amplia y una gran resistencia a la fotooxidación, a la vez las partículas superparamagnéticas que han sido estudiadas para aplicaciones biomédicas, tales como mejorar el contraste en imágenes

de resonancia magnética nuclear, inmovilización magnética y liberación de drogas entre otras.

Hasta la fecha son pocos los trabajos que se encuentran publicados donde se reporte la utilización de nanopartículas semiconductoras y nanopartículas magnéticas en un nanocompósito, entre los trabajos que destacan es el de Gaponik y colaboradores[24] que en el 2004 fueron los primeros en publicar el uso de estas nanopartículas (semiconductoras y magnéticas) en donde su trabajo se centraliza en la encapsulación de nanocristales de CdTe (como marcador luminiscente) y nanopartículas magnéticas de Fe₃O₄ (que permite la manipulación de la capsula por campo magnético externo) en microcápsulas de polímeros (Figura 12)

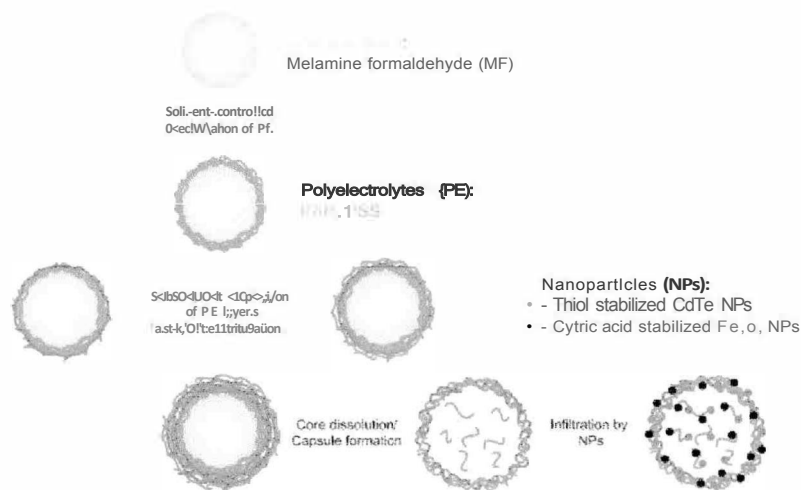


Figura 12.- Esquema de fabricación de microcápsulas y encapsulación de nanopartículas[24]

Otro trabajo interesante es el de Wang y colaboradores[25] que en el mismo año que Gaponik publicaron un trabajo conteniendo estas nanopartículas, la parte central del trabajo está enfocada en la obtención de nanocompósitos el cual consiste en un núcleo de partículas superparamagnéticas de γ -Fe₂O₃ y una capa de puntos cuánticos de CdSe/ZnS sobre su superficie, para después funcionalizarlas y acoplarlas a células cancerígenas de

senos y con esto poder hacer un estudio en la detención y separación de estas células cancerígenas (Figura 13).

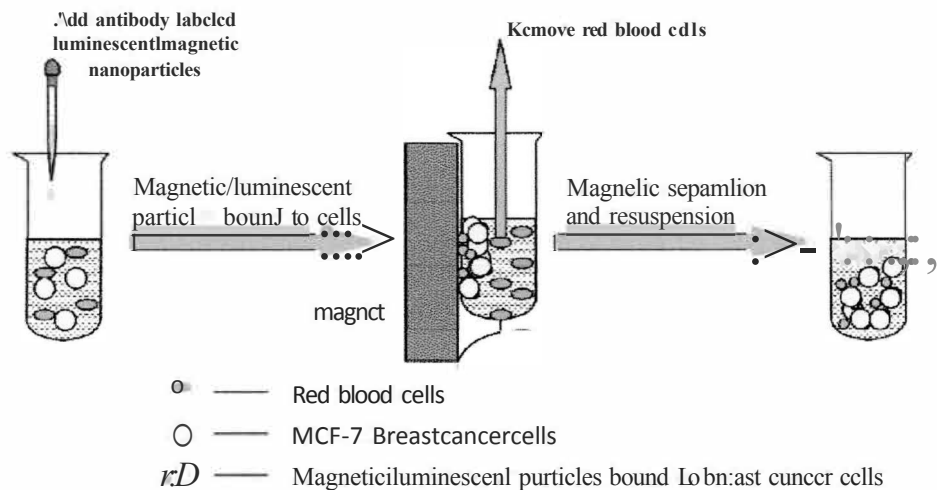


Figura 13.- Esquema de detención y separación de células cancerígenas de senos[25]

Manda y colaboradores[26] reportaron un método donde encapsulan nanopartículas magnéticas y puntos cuánticos en emulsión, el método que usan está basado en la emulsificación en agua de un aceite conteniendo ácido oleico como estabilizador de las partículas de óxido de hierro y tri-n-octilfosfina como estabilizador de los puntos cuánticos.

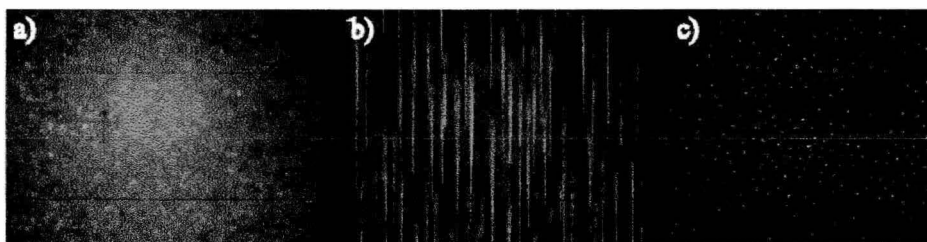


Figura 14.- Imágenes de fluorescencia conteniendo 51% en peso de nanopartículas de óxido de hierro y 150 μM de QD, a) sin campo magnético, las gotitas tienen movimiento browniano. b) las líneas del campo son paralelas a la superficie de la cubierta. c) las líneas del campo son perpendiculares a la superficie de la cubierta[26]

Insin y colaboradores[27], en el 2008 reportaron la síntesis monodispersa de microesferas de sílica con nanopartículas magnéticas y puntos cuánticos, la fabricación de

estas microesferas (Figura 15) se realizo por la incorporación de las nanopartículas de maghemitas y los puntos cuánticos del tipo núcleo-coraza (CdSe/CdZnS) en la coraza de la silica preformada.

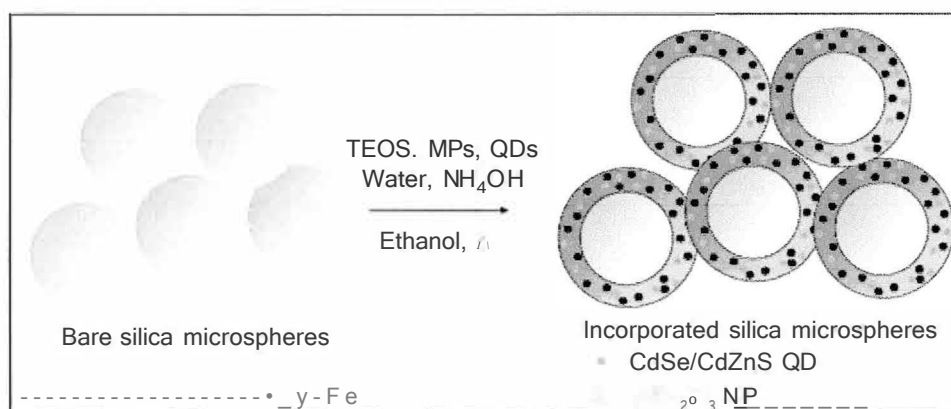


Figura 15.- Esquema de reacción para la funcionalización de las microesferas de silica(27J

Los materiales híbridos semiconductores y magnéticos tienen un gran atractivo por la combinación de sus propiedades y hasta la fecha se han realizado pocos trabajos que contengan estas nanopartículas, por lo tanto hay mucho por estudiar en el campo de estas nanopartículas en la obtención de materiales híbridos, por ello la razón de ser de este proyecto donde se propone la síntesis y caracterización de un nanocompuesto que contiene nanopartículas magnéticas (maghemita) y semiconductoras (CdS) todas ellas en una matriz polimérica (PSSNa).

3 Hipótesis

Por medio de un mecanismo de intercambio iónico es posible sintetizar nanopartículas de sulfuro de cadmio en la matriz de poliestireno sulfonado de sodio como precursor para generar un nanocompuesto magnético-semiconductor a partir de nanopartículas de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

4 Objetivos

4.1 Objetivo General

Sintetizar un nanocompuesto basado en nanopartículas de Fe_3O_4 utilizando un poliestireno sulfonado de sodio (PSSNa) no entrecruzado como precursor para obtener un nanocompuesto magnético-semiconductor.

4.2 Objetivo Particulares

- Establecer las condiciones de síntesis para obtener nanopartículas de CdS.
- Caracterizar el tamaño de las nanopartículas de CdS en la matriz polimérica por Difracción de rayos-X (XRD) y espectroscopia de UV-Vis.
- Determinar el tamaño y forma de la partícula de CdS por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) para las mejores condiciones obtenidas.
- Verificar el comportamiento Magnético.

5 Parte Experimental

5.1 Reactivos y Material

Para la realización de la presente investigación se utilizaron los siguientes reactivos y materiales:

5.1.1 Reactivos

- PSSNa, Poli (4-estireno sulfonado de sodio), $F_w=206.2$, $M_w=70\ 000$ $d=0.801$ ALDRICH.
- $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$, (Nitrato de Cadmio), $PM=308.47$, FERMONT
- H_2O , Agua desionizada, $PM=18$
- $Na_2S \cdot 9H_2O$, Sulfuro de Sodio nona hidratado, $PM=240.17$, ALFA AESAR
- Te, (Telurio) 99.997%, $PM=127.6$, ALDRICH
- $\gamma\text{-}Fe_2O_3$, Ferrofluido, Dr. Ziolo[28, 29]
- Se, (Selenio) 99.99%, $PM=78.96$, ALFA AESAR
- $NaBH_4$, (Borohidruro de Sodio), 98%, $PM=37.83$, FERMONT
- $HSCH_2COOH$, Ácido tioglicólico, $PM=92.12$, ALDRICH
- $Cd(NO_3)_2$ 0.1 M
- Na_2S 0.1 M

5.1.2 Materiales de laboratorio

- Tubo de diálisis, capacidad de retención $>12,000$ Mw, ALDRICH
- Pinzas para membranas de diálisis, ancho 50mm, ALDRICH
- Probeta de 2000 mL
- Agitadores magnéticos
- Parrilla de agitación
- Balanza analítica
- Vasos de precipitado de 200mL

5.2 Preparación de nanopartículas de CdS

En esta sección se mostrarán los procedimientos que se emplearon en este proyecto de investigación para obtener la nanopartícula CdS en matriz de PSSNa (CdS/PSSNa), como una primera etapa para la obtención del nanocompuesto magnético-semiconductor (CdS/PSSNa/γ-Fe2O3). El esquema general en la obtención de las nanopartículas de CdS se muestra en la figura 16.

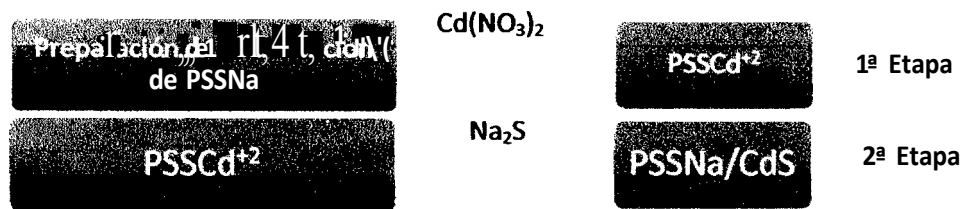


Figura 16.- Esquema general de la síntesis de CdS en la matriz de PSSNa

Se utilizaron tres procedimientos para la obtención de nanopartículas de CdS. Las diferencias entre estos procesos radican en la forma en que se agrega la solución de Cd(NO₃)₂ y en la forma de adicionar el Na₂S a la matriz polimérica. Cada uno de estos procedimientos se han identificado como Sistema 1, Sistema 2 y Sistema 3 respectivamente.

5.2.1 Sistema 1

La síntesis se realizó usando poliestireno sulfonado de sodio no entrecruzado (PSSNa), el cual sirvió como soporte para obtener, mediante intercambio iónico, las nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS). El nanocompuesto obtenido será precursor para la obtención del nanocompuesto magnético-semiconductor.

El esquema general de la síntesis se muestra en la figura 17. Para fines prácticos a este proceso le llamamos Sistema 1.

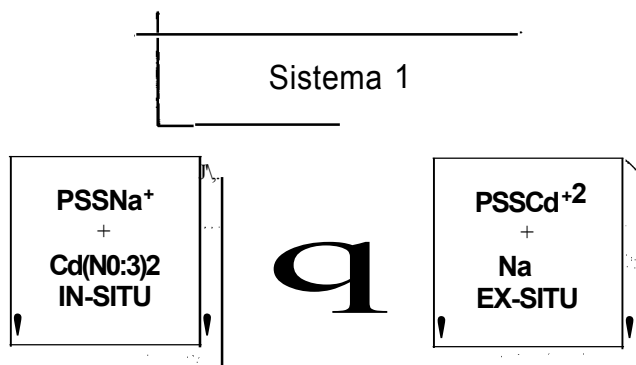


Figura 17.- Esquema del proceso empleado en el Sistema 1.

Procedimiento:

Se prepararon 100 mL de una solución al 4 % peso del Poliestireno sulfonado de sodio (PSSNa), a la cual se adicionó 40 mL de una solución de Cd(NO₃)₂ 0.4943 M estando esta al 100% en exceso para asegurar que el intercambio de los iones Na⁺ por Cd⁺² se realice por completo. Después de 5 minutos de agitación, se realiza un proceso de diálisis a la mezcla obtenida con la finalidad de eliminar el exceso de iones Cd²⁺ libres en el medio.

Con el propósito de verificar que todos los iones Cd²⁺ en exceso fueron eliminados, se realizó una prueba que consistió en humedecer un papel con agua desionizada proveniente del proceso de diálisis, secarlo y enseguida agregarle unas gotas de solución de sulfuro de sodio (Na₂S) 0.1 M. Una coloración amarilla o amarilla tenue en el papel indicaría la formación de sulfuro de cadmio (CdS), color característico de este compuesto. Cuando la coloración del papel no se toma amarilla, es señal de ausencia de iones Cd²⁺, por lo que el proceso de diálisis se ha realizado por completo. Este proceso de lavado se realizó dos veces por día durante los siete días de diálisis.

Una vez eliminado el exceso de Cd²⁺ se agregó una solución de Na₂S 1.24 M al agua desionizada del proceso de diálisis, estando esta al 100% en exceso con relación al ion Cd⁺², para asegurar la formación de nanopartículas de CdS en el poliestireno sulfonado. Este procedimiento se mantuvo por un período de tiempo de 24 horas, con la finalidad de

promover la difusión de los iones de HS⁻ hacia el contenido de la membrana de diálisis, como se representa en la **Figura 18**.

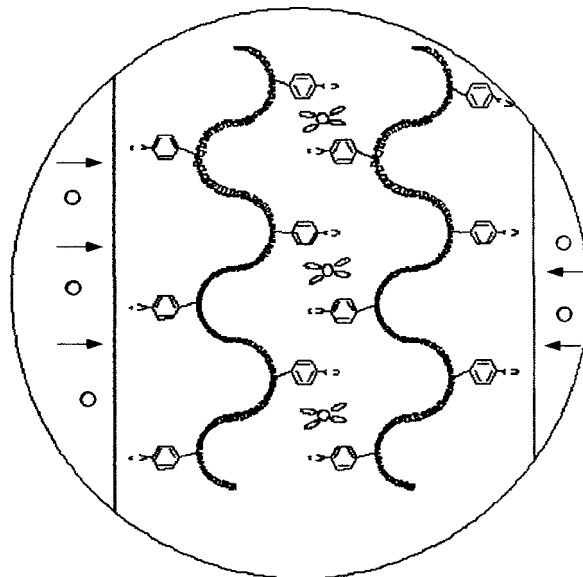


Figura 18.- Difusión de los iones HS⁻ hacia el contenido de la membrana de diálisis, HS^- , H_2O , Cd^{2+} y CdS

Después de 24 h, la solución resultante se dializó, realizando dos lavados por día durante los siete días que dura este proceso. Para verificar la eliminación total de iones HS⁻ libres en el medio, se realizó una prueba similar a la empleada para los iones Cd²⁺ (prueba en papel), empleando en este caso una solución de nitrato de cadmio Cd(NO₃)₂·0.1M que origina la formación de CdS con coloración amarilla en caso de encontrarse iones HS⁻ en el medio.

Al final de este proceso, se retiró la solución del tubo de diálisis para secarla por liofilizado y obtener así un polvo el cual se caracterizará mediante las técnicas de difracción de rayos-X, UV-Vis y análisis termogravimétrico (fGA).

5.2.2 Sistema 2

Al igual que en el caso anterior, la síntesis se realizó usando poliestireno sulfonado de sodio no entrecruzado (PSSNa), el cual sirvió como soporte para obtener, mediante intercambio iónico, las nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS). El esquema general de la síntesis se muestra en la **Figura 19**. Para fines prácticos a este proceso le llamamos Sistema 2.

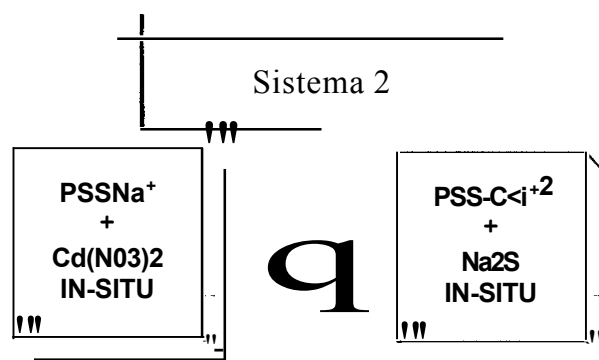


Figura 19.- Esquema del Sistema 2.

Procedimiento:

Para el Sistema 2 se prepararon 100 mL de una solución al 4 % peso del Poliestireno sulfonado de sodio (PSSNa), a la cual se adiciono 40 mL de una solución de Cd(NO₃)₂ 0.4943 M estando al 100% en exceso con relación al PSSNa, con el objetivo de asegurar que el intercambio iónico se realice por completo. Después de 5 minutos de agitación, la mezcla obtenida anteriormente se colocó en una membrana de diálisis para realizar el proceso de diálisis a la mezcla con la finalidad de eliminar el exceso de iones Cd²⁺ libres en el medio. Al igual que en el sistema 1, se utilizó el mismo procedimiento para asegurar la eliminación de iones Cd²⁺ presentes en el agua desionizada del proceso de diálisis.

Una vez finalizada la etapa anterior, a la solución de poliestireno sulfonado cargada con Cd^{2+} se le agregó una solución de Na_2S a 1.24 M estando a un 100% en exceso con relación a los iones Cd^{+2} , con la finalidad de llevar a cabo la formación de las nanopartículas de CdS.

La solución resultante se dializó, realizando dos lavados por día durante una semana, para verificar la eliminación total de iones HS^- libres en el medio. Posteriormente se retiró la solución del tubo de diálisis y se llevaron a cabo tanto el secado por liofilizado como a temperatura ambiente, obteniéndose la muestra en polvo y película respectivamente. Finalmente se caracterizó por Rayos-X, UV-Vis y TGA.

5.2.3 Sistema 3

La síntesis se realizó usando poliestireno sulfonado de sodio no entrecruzado (PSSNa), el cual sirvió como soporte para obtener, mediante intercambio iónico, las nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS). El esquema general de la síntesis se muestra en la Figura 20. A este proceso lo identificaremos como Sistema 3.

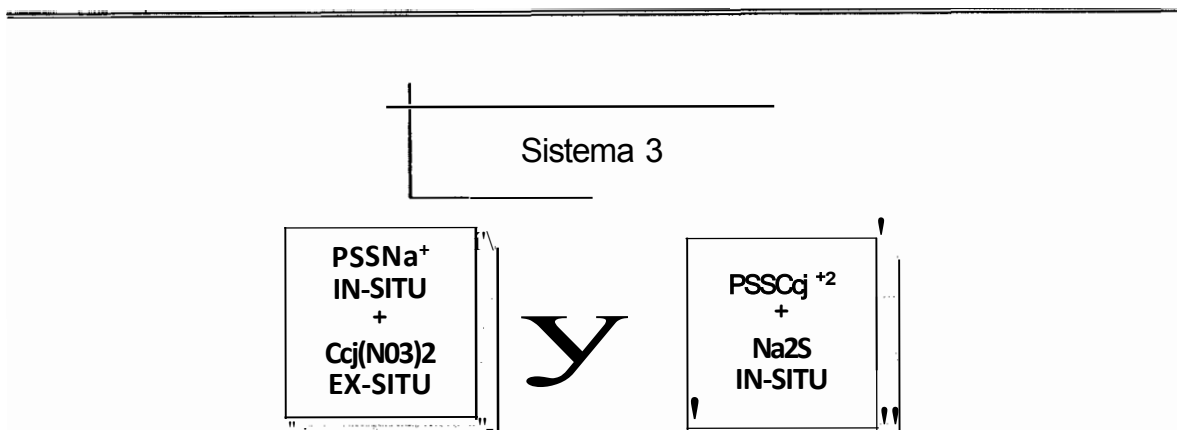


Figura 20.- Esquema del Sistema 3.

Procedimiento:

Se preparó una solución al 4 % peso de PSSNa, la cual fue colocada dentro de la membrana de diálisis. Posteriormente se agregó una solución de Cd(NO₃)₂ 0.4943 M al agua desionizada del proceso de diálisis con la finalidad de intercambiar los iones Na⁺ por iones Cd²⁺ (Figura 21). Este proceso se realizó durante 24 horas.

Se comprobó la ausencia de iones Cd⁺² en la solución dentro del tubo de diálisis de la misma forma que en el sistema 1. Posteriormente se prosigue con la adición de una solución de Na₂S 1.24 M al contenido de la membrana, para así formar las nanopartículas de CdS. La solución obtenida se dializó, realizando lavados dos veces por días durante una semana. Por último, una vez comprobada la ausencia de iones HS⁻ se retira la solución para obtener polvo y películas según el proceso de secado.

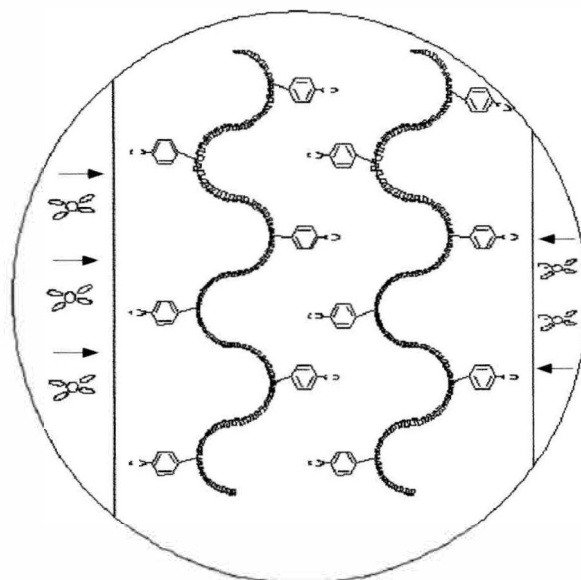


Figura 21.- a) difusión de los iones Cd^{2+} hacia adentro de la membrana de diálisis. $\text{Cd}^{+2} \text{O}, 8_2\text{O}$

5.3 Preparación del nanocompuesto magnético-semiconductor

En esta sección se mostrará el procedimiento que se empleó para obtener el nanocompuesto magnético con partículas semiconductoras a partir del nanocompuesto antes preparado mediante el sistema 2. El esquema general de la obtención del nanocompuesto magnético-semiconductor se muestra en la siguiente Figura 22.



Figura 22.- Esquema general en la obtención del nanocompuesto magnético-semiconductor

Procedimiento:

La preparación de este nanocompuesto se realizó mediante el siguiente procedimiento: se tomaron 30 mg del nanocompuesto del sistema 2 de la muestra liofilizada, y se adicionaron 3.3mg de un Ferrofluido base maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) en medio acuoso, y 1mL de agua desionizada. El nanocompuesto se agitó durante unos 5 minutos y se dejó 10 minutos en el sonificador para obtener una solución homogénea. Una vez obtenida la solución se procedió a secarla por medio de liofilizado y posteriormente se caracterizó por magnetometría de muestra vibrante.

5.4 Preparación de nanopartículas de seleniuro de cadmio (CdSe)

La síntesis de las nanopartículas de Seleniuro de cadmio(CdSe) se realizó en dos etapas: (a) síntesis del seleniuro ácido de sodio (NaHSe) y (b) a partir de este compuesto se sintetizaron las nanopartículas de *CdSe*[30].

5.4.1 Síntesis de seleniuro ácido de sodio (NaHSe).

Esta síntesis consiste en la reacción del borohidruro de sodio con el selenio para formar el NaHSe en medio acuoso. La relación molar de ambos reactivos es de 2.5:1, el producto obtenido es el Seleniuro ácido de sodio (NaHSe).

Procedimiento.

Se agregaron en un Schlenk: 94.5 mg de borohidruro de sodio, 78.96 mg de selenio y 1mL de agua desionizada. La reacción se realizó en atmósfera inerte (N_2) y el tiempo de reacción fue de 2 horas. El sistema de reacción se muestra en la **Figura 23**. Un indicativo visual que puede confirmar que se está llevando a cabo la reacción entre borohidruro de

sodio y selenio, es la disminución del polvo gris del selenio al mismo tiempo que se forma una solución incolora de NaHSe

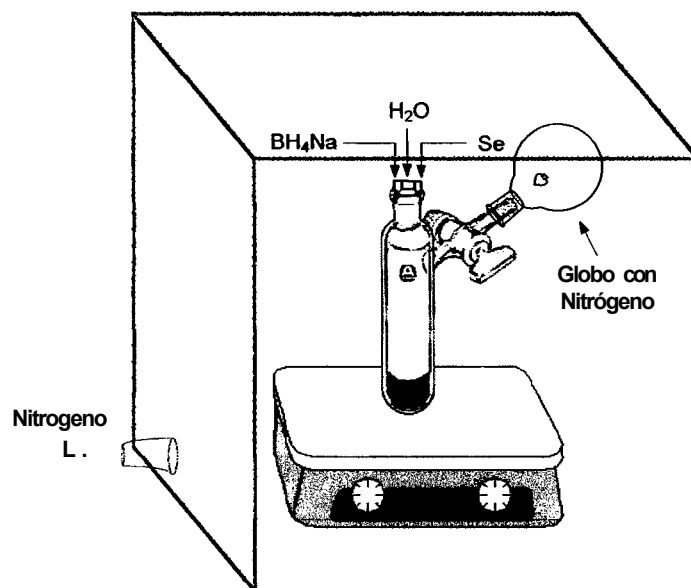


Figura 23.- Preparación de NaHSe.

5.4.2 Preparación de nanopartículas (NPs) de CdSe

Procedimiento:

Se preparó una solución coloidal de CdSe a partir del NaHSe anteriormente obtenido con 1 mmol de Nitrato de Cadmio ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$) saturado de N_2 , en presencia de 50 μL de ácido tioglicólico como agente estabilizante. La reacción se llevó a cabo durante 6 horas bajo una agitación vigorosa. Terminado el tiempo de reacción se observó un cambio en la coloración pasando de incolora a un color rojo oscuro. Se procedió a filtrar la misma para separar el producto. Posteriormente se caracterizó por Difracción de Rayos-X (XRD).

5.5 Preparación de nanopartículas de telurio de cadmio (CdTe)

La síntesis de las nanopartículas de telurio de cadmio (CdTe) se realizó en dos etapas: síntesis del telurio ácido de sodio (NaHTe) y una segunda, la cual a partir de este compuesto se sintetizó las nanopartículas de CdTe[3J}.

5.5.1 Síntesis de telurio ácido de sodio (NaHTe).

En esta síntesis se llevo a cabo la reacción entre el borohidruro de sodio y el telurio en medio acuoso, para producir NaHTe.

Procedimiento.

Se agregó en un Schlenk 94.5 mg de borohidruro de sodio, 127.6 mg de telurio y 1mL de agua. La reacción se realizó en atmósfera inerte (N₂) y el tiempo de reacción fue de 8 horas, el sistema de reacción se sumergió en un baño de hielo[32]. El sistema de reacción se muestra en la Figura 24. Un indicativo visual que puede confirmar la reacción entre borohidruro de sodio y telurio, es la disminución del polvo negro del telurio conforme se forma una solución incolora de NaHTe.

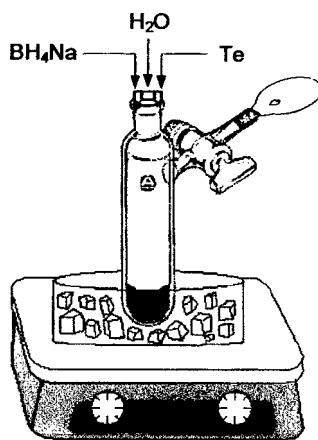


Figura 24.- Preparación de NaHTe.

5.5.2 Preparación de nanopartículas (Np) de CdTe.

Se preparó una solución coloidal de CdTe a partir del NaHTe obtenido anteriormente con 1 mmol de Nitrato de Cadmio ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$) saturado de N_2 , en presencia de 50 μL de ácido tioglicólico como agente estabilizante. La reacción se llevó a cabo durante 6 horas bajo una agitación vigorosa y a una temperatura de 90°C . Terminado el tiempo de reacción se observó que la solución cambia de color púrpura a un color negro. El precipitado obtenido se filtró para separar el producto. Posteriormente se caracterizó por Difracción de Rayos-X (XRD).

5.6 Técnicas de caracterización para los nanocompuestos

La caracterización para los nanocompuestos obtenidos en cada sistema se realizó por medio de las técnicas que se describen en los siguientes apartados.

El estudio para la identificación de la fase cristalina del nanocompuesto (CdS/PSSNa) se efectuó por medio de difracción de Rayos-X, las propiedades ópticas fueron estudiadas por Espectroscopía UV-Visible, la morfología y el tamaño de la partículas obtenidas del CdS se determinó por Microscopía electrónica de transmisión, el porcentaje de CdS fue analizado por Análisis Termogravimétricos (TGA), la técnica empleada para cuantificar el porcentaje de CdS contenido en el nanocompuesto fue por Análisis elemental y por último el comportamiento magnético del nanocompuesto magnético-semiconductor (CdS/PSSNa/y- Fe_2O_3) se determinó por Magnetometría de muestra vibrante. En los siguientes apartados se describen las técnicas mencionadas.

5.6.1 Difracción de rayos-X (XRD)

Esta técnica nos permitió identificar las fases cristalinas presentes en los materiales compuestos. Los patrones de difracción fueron medidos en un difractómetro SIEMENS D5000 con una fuente de radiación CuK ($\lambda=1.54178\text{Å}$) y una intensidad de 25 mA; el voltaje de aceleración fue de 35 KV y un rango de 10 a 75 ° en 2 θ . Las mediciones se realizaron a temperatura ambiente.

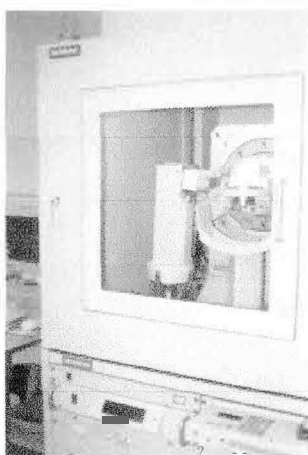


Figura 25.- Difractómetro SIEMENS D5000.

Preparación de muestras para difracción de rayos-X

Se tomó una porción de la muestra y se colocó en un portamuestra de alúmina (Figura 26), el cual en la parte central tiene una sección hundida, este portamuestra es usado para polvo. Las muestras secadas al medio ambiente que tiene forma de película, se le colocó plastilina con la intención de fijar y ajustar a la altura de la muestra para que quedase a ras de la parte superior del portamuestra y poder obtener una buena medición.



Figura 26.- Preparación de muestra secada al medio ambiente

La muestra liofilizada, que presenta una textura esponjosa como resultado del proceso de secado, se colocó en el porta muestra de alúmina (Figura 27) y se compactó hasta alcanzar una altura en la que quedó al ras del portamuestra.



Figura 27.- preparación de muestra liofilizada

5.6.2 Espectroscopía Ultravioleta Visible (UV-Vis)

Se realizó la caracterización óptica de los nanocompuestos en películas por espectroscopia UV-Vis también se determinó los tamaños de partículas por medio de la ecuación $2R_{ois} = 0.1 / (0.338 - 0.000234t \cdot e) nm$ [33, 34] y el cálculo de la banda prohibida (band gap) a partir de la ecuación de Planck $A = hc/Eg$ a partir de la tangente a donde empieza la absorción. El equipo empleado fue un espectrofotómetro UV-Vis SHIMADZU modelo UV-2401 PC. Se utilizó en modo absorción y con un intervalo de longitud de onda de 300 nm a 600 nm.

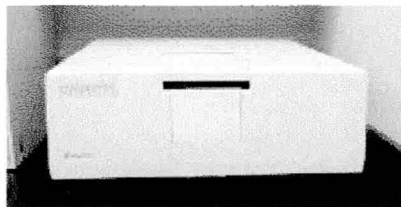


Figura 28.- Espectrofotómetro UV-2401 PC.

Preparación de muestras para UV-Vis

En la preparación de las muestras para las mediciones por espectroscopia UV-Vis, se utilizó la técnica de *spin-coating*. Por esta técnica se elaboraron películas sobre un sustrato de vidrio. Esta técnica consiste en depositar una pequeña cantidad de la solución del nanocompósito sobre un sustrato y posteriormente por la aplicación de una fuerza centrífuga el solvente se evapora obteniéndose como resultado una película delgada (Figura 29).



Figura 29.- Técnica de centrifugado a) deposición de la solución en la superficie del sustrato, b) esparcimiento de la solución y c) centrifugado (evaporación del solvente por fuerza centrífuga a las revoluciones por minuto y formación de películas)

5.6.3 Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)

Mediante microscopía electrónica de transmisión se determinó la morfología, arreglo y tamaño de las partículas. Las micrografías de los materiales se obtuvieron con el microscopio de transmisión de cátodo frío, marca FEI, modelo TITÁN 80-300.

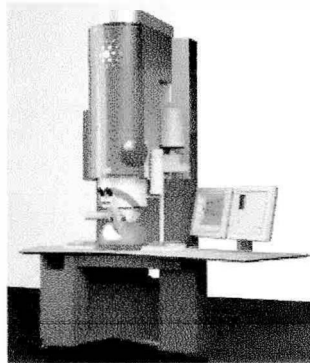


Figura 30.- Microscopio electrónico de Transmisión TITÁN 80-300.

Obtención de muestra para el TEM

Para la preparación de la muestras para TEM, se tomó una pequeña cantidad de la muestra liofilizada del nanocompuesto CdS/PSSNa la cual se disolvió en agua desionizada, y se colocó en una rejilla de cobre recubierta con carbón (Figura 31), después esta fue colocada en el portamuestra del TEM. Un procedimiento similar se realizó para la muestra secada al medio ambiente.



Figura 31.- Deposición de la solución en la rejilla para TEM

5.6.4 Análisis Termogravimétrico (TGA)

Esta técnica se empleó con el propósito de analizar el contenido del material inorgánico presente en nuestro nanocompuesto. El análisis se realizó en un equipo TGA Q500 de TA Instruments. Utilizando atmósfera de nitrógeno, se partió de una temperatura ambiente hasta los 600°C, para después, en presencia de oxígeno, continuar el calentamiento hasta los 800°C. La velocidad de calentamiento fue de 5°C/min.

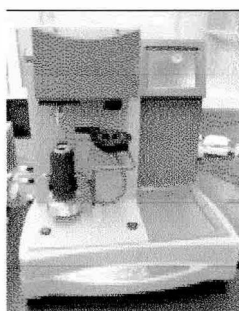


Figura 32.- Equipo TGA Q500 de TA Instruments

5.6.5 Análisis por Magnetometría

Esta caracterización se utilizó para observar el lazo de histéresis del nanocompuesto. Se utilizó un magnetómetro de muestra vibrante (VSM) de Quantum Design, con un campo de 2 Tesla, a 300°K.

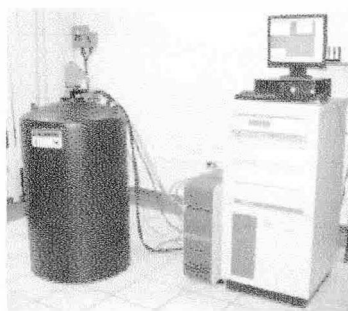


Figura 33.- Equipo de Quantum design del tipo Physical Property Measurement System (PPMS)

6 Resultados y Discusiones

En la sección 5.2 de la parte experimental se describió la obtención general del nanocompósito magnético-semiconductor (CdS/PSSNa/1-Fe₂O₃), teniendo como primera etapa la obtención de un nanocompósito semiconductor (CdS/PSSNa), siendo este último el precursor para el magnético-semiconductor.

El sistema 1 se planteó como la primera opción para realizar la síntesis de las nanopartículas del CdS, ya que debido a sus características consideramos que puede dar mejor resultado.

6.1 Caracterización para el sistema 1

La obtención de CdS se llevó a cabo en dos etapas, en la primera se intercambiaron los iones de Na⁺ del poliestireno sulfonado por los iones Cd⁺² de la solución de Cd(NO₃)₂. En la segunda se disolvió sulfuro de sodio en agua desionizada y por medio de gradientes de concentración los iones HS⁻ entran a la membrana de diálisis e interactúan con los iones Cd⁺² presentes en el poliestireno sulfonado para formar CdS. Para fines prácticos a este proceso le llamamos Sistema 1.

6.1.1 Caracterización por Difracción de Rayos-X (XRD)

Con la finalidad de observar la formación de sulfuro de cadmio en la matriz de poliestireno sulfonado, así como la fase obtenida, se realizó un estudio por medio de difracción de rayos-X.

El patrón de difracción de rayos-X para el Sistema 1 se muestra en la **Figura 34**. Para la muestra liofilizada (a) se observa la formación de hidróxido de cadmio y sulfuro de cadmio. La posición de los picos para el $\text{Cd}(\text{OH})_2$, CdS y Cd se indican en la sección inferior de la **Figura 34**.

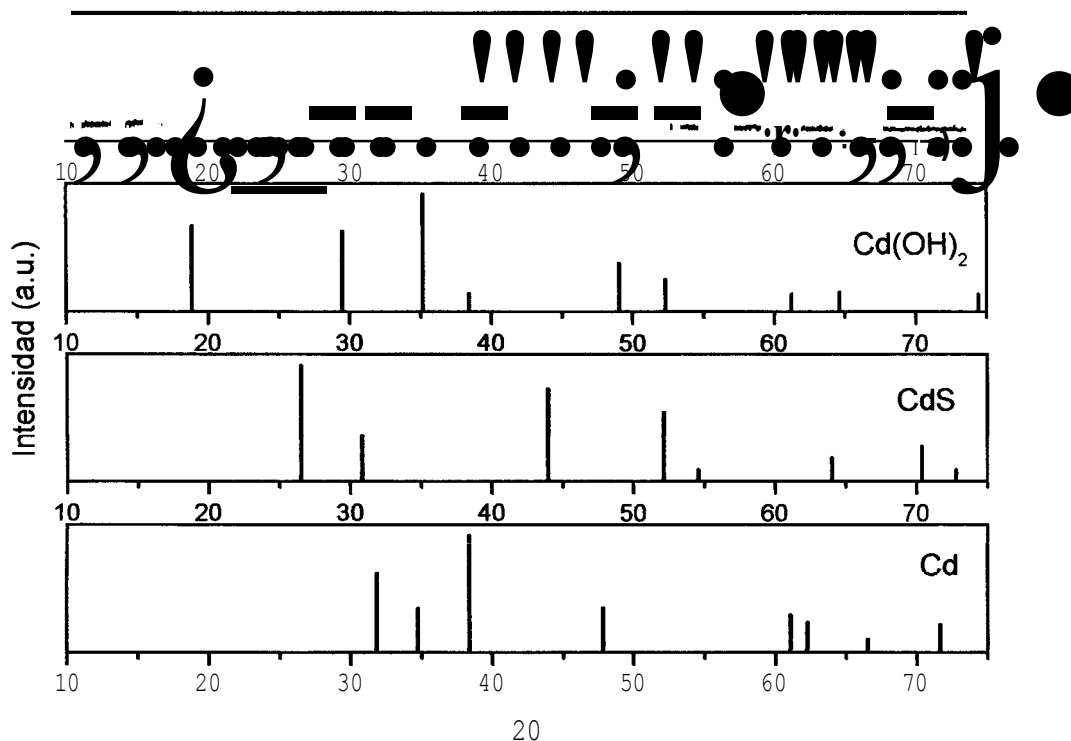


Figura 34.- Patrón de difracción de Rayos-X del Sistema 1, a) patrón de difracción de muestra liofilizada, de arriba hacia abajo se muestran las líneas verticales correspondientes a los máximos de difracción de $\text{Cd}(\text{OH})_2$, CdS con estructura cúbica Hawleyite y del Cadmio

Los resultados obtenidos por difracción de rayos-X muestran que, en las condiciones de este sistema, la formación del CdS por intercambio iónico no es eficiente, ya que se favorece la formación de $\text{Cd}(\text{OH})_2$.

Este resultado podría ser atribuido al tiempo de residencia, pues no se da el tiempo necesario para que todos los iones HS^- entren a la membrana de diálisis para reaccionar con los iones Cd^{+2} y formar el CdS . También parte del H_2S durante la reacción (**Figura 35**) se

forma como gas y otra parte queda en forma disociada en el medio dando lugar a que el NaOH que está en competencia con el H₂S pase con mayor facilidad dentro de la membrana de diálisis.

Otro factor importante que podría explicar estos resultados es que cuando se agrega el Na₂S al agua desionizada con el objetivo de promover la difusión de este por gradientes de concentración para pasar de afuera hacia dentro de la membrana de diálisis y así generar nanopartículas de CdS, todo este proceso conlleva a un cambio de pH dentro de la membrana de diálisis lo cual pudo corroborarse con un pHmetro, en un principio el pH dentro de la membrana de diálisis es de 7. Este pH dentro de la membrana al equilibrarse con el pH básico de 11.3 que se encuentra afuera de esta (pH básico proveniente de la solución de Na₂S), ocasiona que cambie de 7 a 8.2 generando que el medio dentro de la membrana quede básico.

Lo anterior origina que haya más iones OH que iones de HS⁻ provocando una preferencia a la formación de Cd(OH)₂ y no del CdS. Una característica del ion Cd⁺² es que tiene una tendencia a hidrolizarse cuando el pH es mayor de 7 formando pequeñas cantidades de Cd(OH)₂ pero cuando el pH es superior de 8 esta cantidad es mucho más notable[35]. Además las energías de formación son Cd(OH)₂-476.3 KJ mol⁻¹, CdS - 156.5 KJ mol⁻¹, H₂S -33.4 KJ mol⁻¹[36], siendo más favorable la formación del Cd(OH)₂.

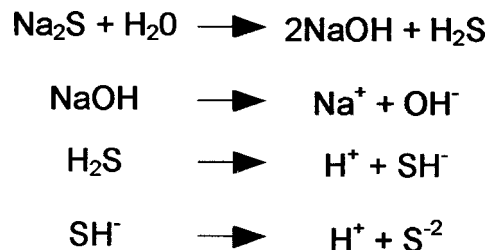


Figura 35.- Disociaciones del sulfuro de sodio en el agua.

6.1.2 Espectroscopía Ultravioleta Visible (UV-Vis)

Debido a que la caracterización por Difracción de rayos-X es necesario al menos el 10% del componente cristalino para poder ser detectado se realizó la caracterización por espectroscopia UV-Vis para corroborar los datos obtenidos por XRD del CdS, así mismo se calculó la banda prohibida y el tamaño de partícula. En la Figura 36 se muestra una comparación entre los espectros de UV-Vis para el producto obtenido en el Sistema 1, y para el poliestireno sulfonado de sodio al 4%.

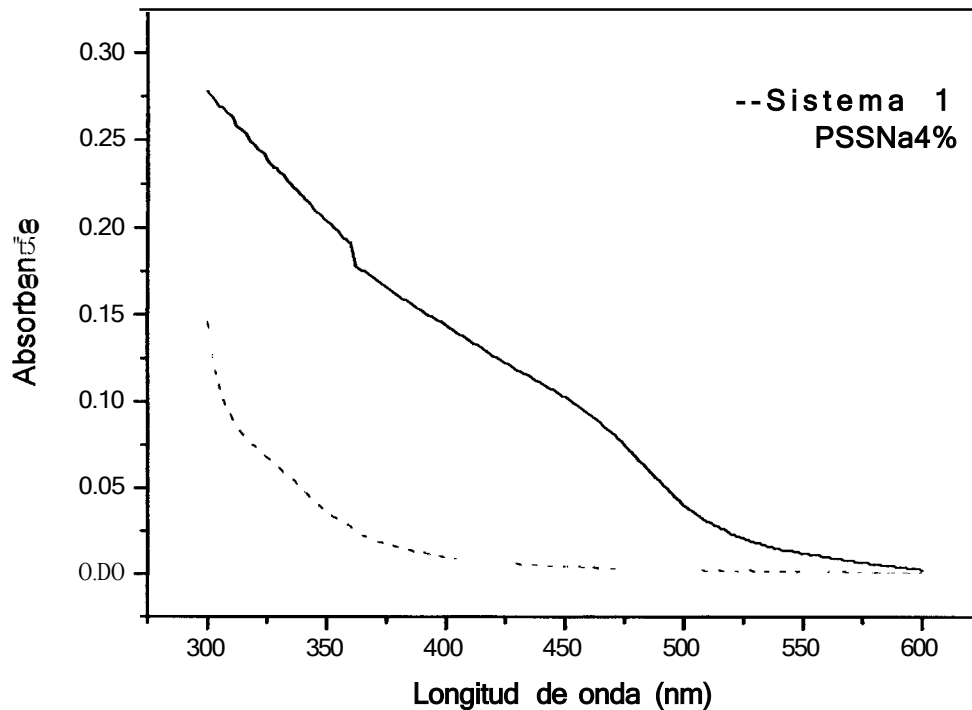


Figura 36.- Espectros de UV-Vis: Sistema 1, solución de poliestireno sulfonado de sodio al 4%.

En la Figura 37 podemos observar el espectro de UV-vis, que fue utilizado para obtener el tamaño de partícula. Empleando la intersección entre la línea base y una línea

tangente a la banda de absorción, se obtuvo la absorción inicial (523.4 nm) y mediante la ecuación referenciada en la parte experimental, se obtuvo un tamaño de partícula de 8.8nm para el CdS.

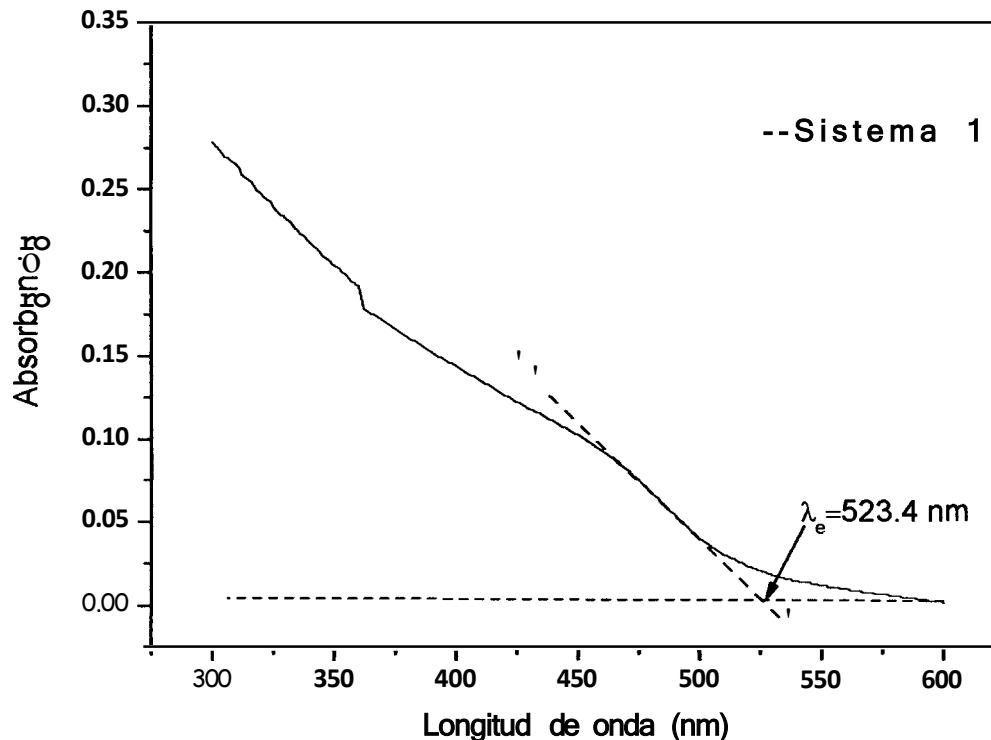


Figura 37.- Espectro UV-Vis para Sistema 1

Cuando se tiene poliestireno sulfonado de sodio, no se presentan bandas de absorción en la región visible. En cambio el producto obtenido en este sistema, se observa una absorción que puede asociarse al *CdS*[33, 37, 38], y no así para el hidróxido de cadmio que no absorbe en esta *región*[39-42]. Sin embargo en base a los resultados obtenidos por difracción de rayos-X se observó que no se tiene la presencia de CdS mientras que por espectroscopía UV-Vis se puede observar una cierta absorción del CdS. Esto es debido a que en la caracterización de difracción de rayos-X se necesita tener un porcentaje del 10% o más del compuesto cristalino para poder observar las señales y no así para UV-Vis, ya que los compuestos de cadmio calcógenos tienen un alto coeficiente molar de extinción[8].

6.1.3 Análisis Termogravimétrico (TGA)

Una vez que se determinó la presencia del CdS en el nanocompuesto, el siguiente paso fue cuantificar su porcentaje de este en el nanocompuesto lo cual se efectuó por análisis termogravimétrico.

En la Figura 38 se muestra el termograma para el PSSNa. Al inicio se registró un peso de 11.6710 mg. En la figura; se puede observar la disminución de peso de la muestra en porcentaje (línea negra) y la derivada del porcentaje de peso (línea azul). En este termograma, la primera pérdida de peso inicia a los 31.64°C, lo que representa el 11.08% de pérdida de peso y se atribuye al agua de coordinación que tiene la muestra. Las siguientes pérdidas son por la degradación del grupo sulfónico, sulfonas, así como de la cadena hidrocarbonada con 58.06%. Finalmente el residuo de sodio fue de 30.85%.

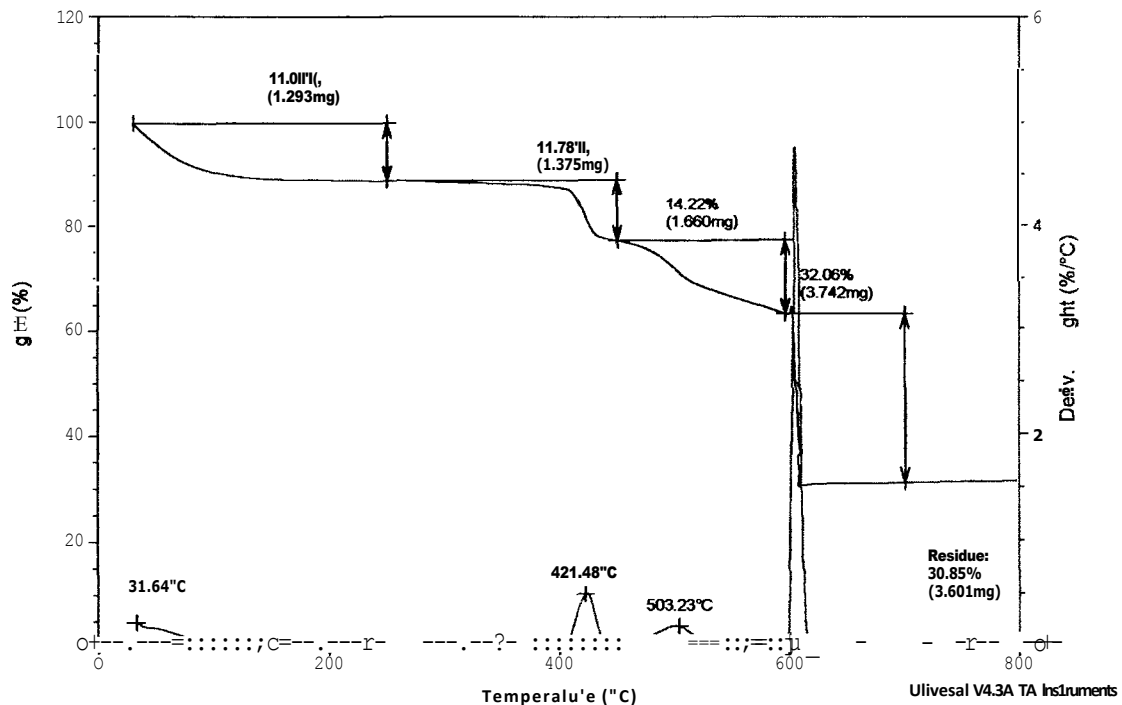


Figura 38.- Termograma para el Poliestireno sulfonado de sodio.

En la Figura 39 se aprecia el termograma para el Sistema 1, al inicio se registró un peso de 7.632 mg. En este termograma, la primera pérdida de peso inicia a los 48.2 °C, lo que representa el 9.237% de pérdida y al inicio al que el termograma anterior está pérdida es causada por el agua de coordinación en la muestra. Las siguientes pérdidas son por la degradación de $\text{Cd}(\text{OH})_2$ [43] convirtiéndose a CdO , con una pérdida de peso de 4.38%. Las siguientes pérdidas son para los grupos sulfónicos, sulfonas y de la cadena hidrocarbonada con un total aproximado de 53.99 %. Finalmente el residuo es de 32.38%. Por lo tanto no se evidencia la formación de CdS lo cual corrobora los resultados por difracción de rayos-X.

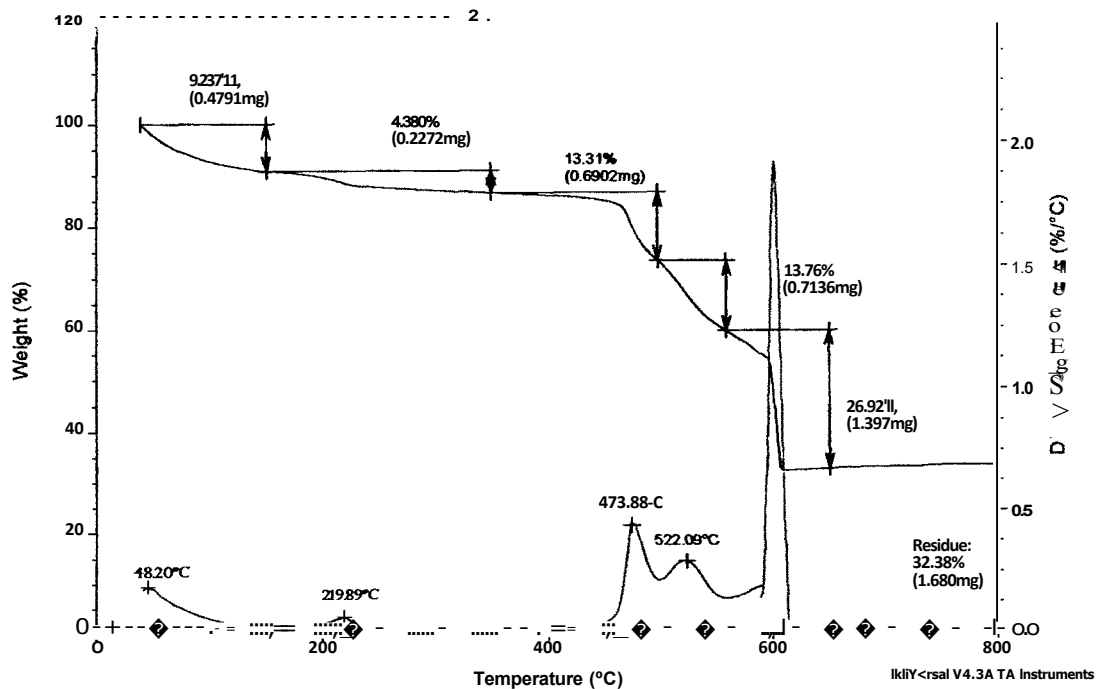


Figura 39.- Termograma para el Sistema 1.

Con base en la caracterización realizada, podemos concluir que el Sistema 1 es deficiente para la obtención de nanopartículas de CdS , ya que la presencia de éste es casi

nula. Debido a esto se propuso un segundo sistema, cambiando las condiciones para favorecer la formación del CdS y no la de Cd(OH)₂.

6.2 Caracterización para el sistema 2

Como se mencionó en la parte experimental, la obtención de CdS en el sistema 2 se llevó a cabo en dos etapas, en la primera se intercambiaron los iones de Na⁺ del poliestireno sulfonado por los iones Cd⁺² de la solución de Cd(NO₃)₂. En la segunda, se adicionó una solución de Na₂S a la solución obtenida en la etapa uno y finalmente se dializó la mezcla, para eliminar los iones HS⁻ que no reaccionaron con los iones Cd⁺².

6.2.1 Caracterización por Difracción de rayos-X (XRD)

Al adicionar la solución de Na₂S directamente al tubo de diálisis, se tiene un sistema con mayor concentración de iones HS⁻ en comparación del sistema 1, a la vez que se tiene un 100% de exceso de la solución de Na₂S respecto a los iones Cd⁺² intercambiados por los iones Na⁺ considerando que todo el ion Na⁺ se intercambian por Cd⁺², interactuando los iones HS⁻ directamente con el poliestireno sulfonado, lo cual evita la formación de Cd(OH)₂ y favorece la formación de CdS, corroborándose con el patrón de difracción de rayos-X presentado en la **Figura 40**.

Los patrones a y b corresponden a las muestras secadas mediante liofilización y secada al medio ambiente respectivamente. En ambos casos se observa la formación de CdS en la fase cúbica Hawleyite. El tamaño de partícula se calculó por la ecuación de **Scherrer[44]**, resultando de 6.74 nm y 6.77 nm. Los tamaños de partícula se obtuvieron para definir la formación de nanopartículas o puntos cuánticos. En este caso, se obtuvieron nanopartículas de CdS, pues el radio del excitón de Bohr para el CdS es de aproximadamente 3.5 nm.

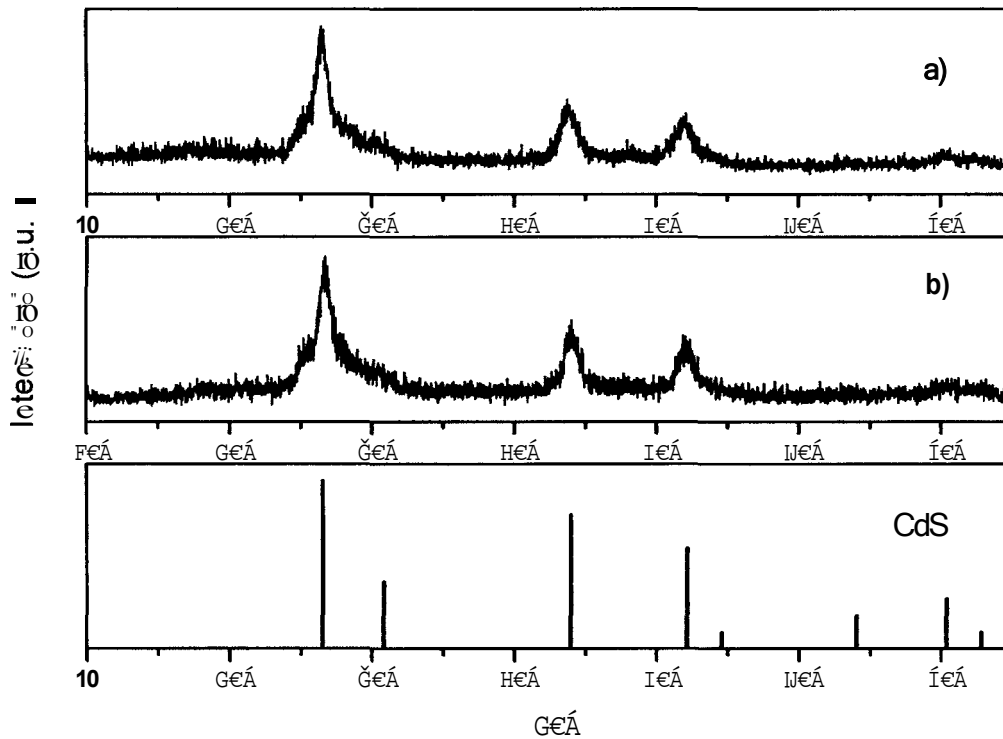


Figura 40.- Patrón de difracción de Rayos-X para el Sistema 2, a) patrón de difracción de muestra liofilizada, b) patrón de difracción de muestra secada al medio ambiente c) líneas verticales indican la reflexión de CdS en masa con estructura cúbica Hawleyite.

6.2.2 Caracterización por Espectroscopía de UV-Vis (UV-Vis)

Para realizar la caracterización por espectroscopia de UV-Vis, se seleccionó la muestra secada a temperatura ambiente. En la Figura 41, se muestran los espectros de UV-Vis para el Sistema 2.

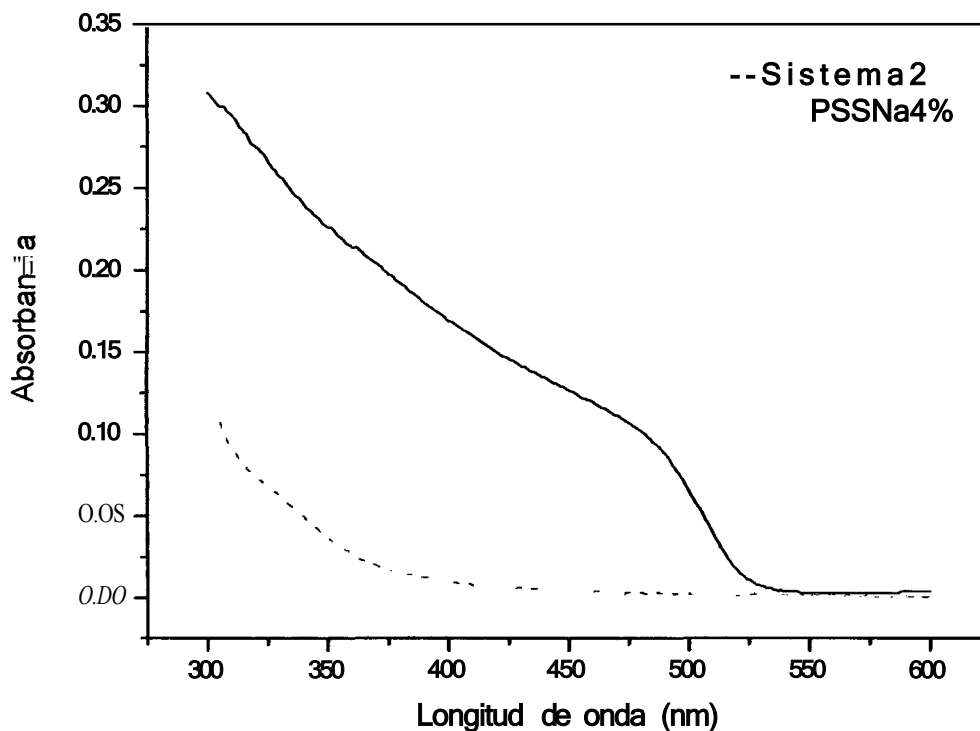


Figura 41.- Espectros de absorción de UV-Vis: Sistema 2, poliestireno sulfonado de sodio al 4% y CdS en masa.

Para el producto obtenido en este sistema se puede observar una contribución más marcada en la señal de absorción con respecto al sistema 1, indicativo de una mayor formación de CdS en este sistema que para el sistema 1.

En la Figura 42 se muestra un espectro de UV-vis, que fue utilizado para obtener el tamaño de partícula. Nuevamente, se emplea la intersección entre la línea base y la línea tangente a la banda de absorción para obtener la absorción inicial (525 nm). En este caso, el tamaño fue de 9.13 nm y por medio de la ecuación de Planck, la banda prohibida óptica fue de 2.365 eV.

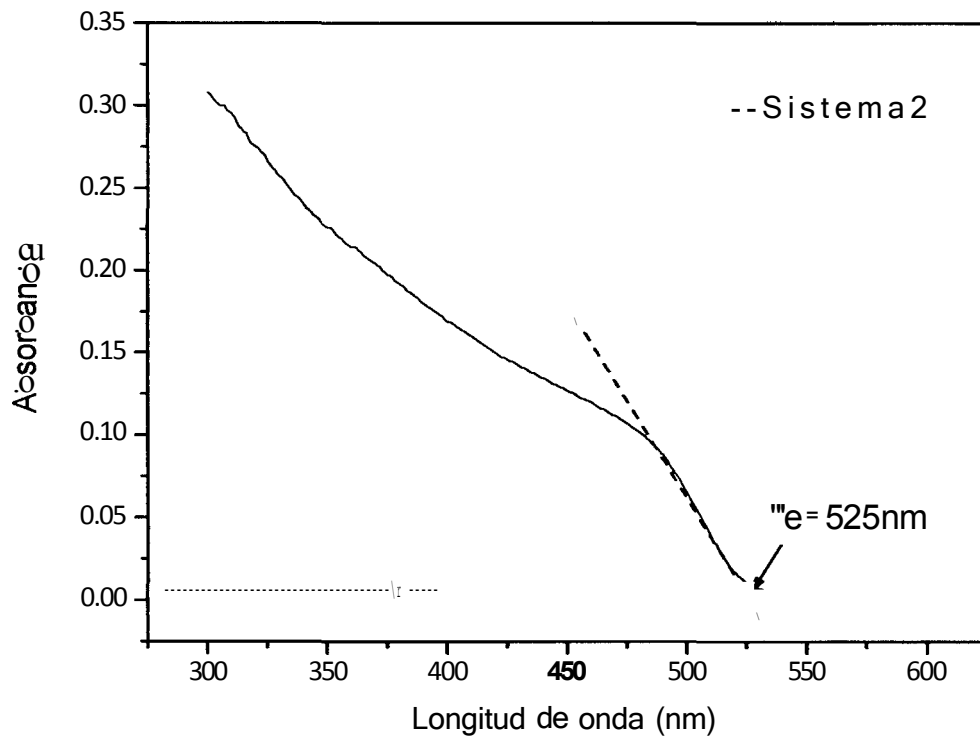


Figura 42.- Espectro de UV-Vis para el Sistema 2.

Comparando el tamaño de partícula (9.13 nm) con el tamaño obtenido por difracción de rayos-X (6.77 nm), se tiene una diferencia de 2.36 nm. El resultado es consistente, pues la ecuación de Scherrer, tiende a dar tamaños de partículas más pequeños que los obtenidos por UV-Vis/37].

6.2.3 Análisis Termogravimétrico (TGA)

Para confirmar los datos obtenidos por difracción de rayos-X, así como los de espectroscopia de UV-Vis, se llevó a cabo un análisis termogravimétrico para las muestras obtenidas: liofilizada y secada a temperatura ambiente.

Se optó por hacer la caracterización a las dos muestras (liofilizada y secada a temperatura ambiente), ya que a diferencia de la espectroscopia UV-Vis que permite determinar la absorción de luz en una muestra, en el análisis termogravimétrico se mide la variación del peso en un compuesto en función de la temperatura. Al tener muestras liofilizadas o secadas a temperatura ambiente estas podrían ser afectadas por el proceso de secado el cual puede verse reflejado en el análisis termogravimétrico.

6.2.3.1 Muestra secada por liofilizado

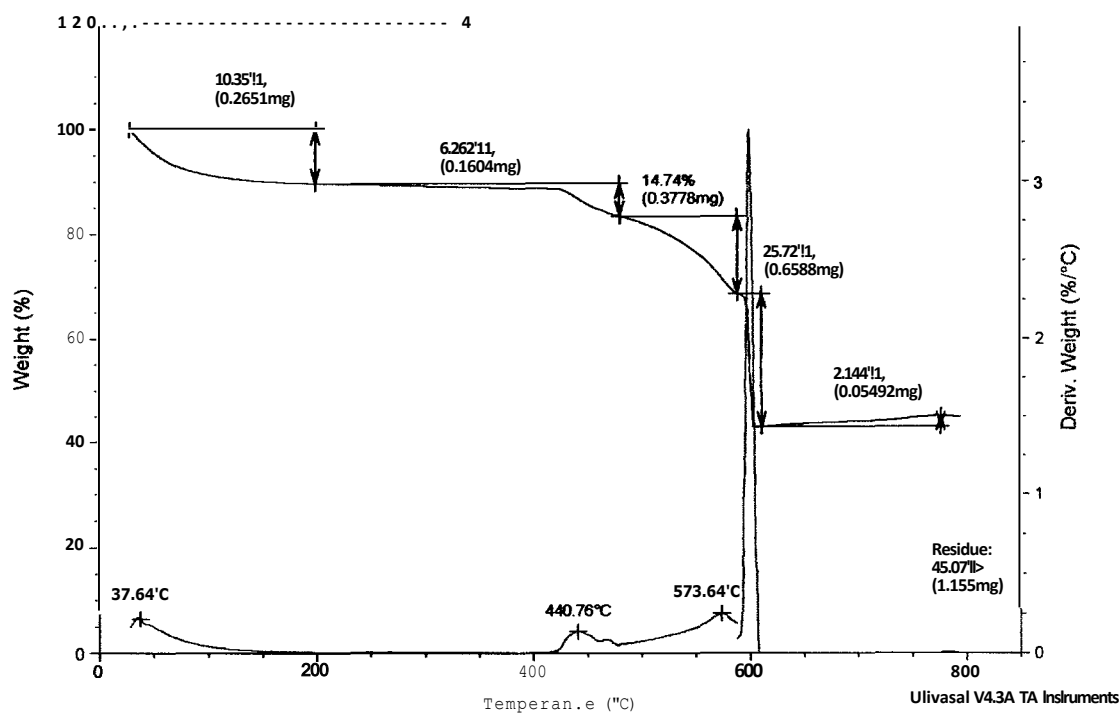


Figura 43.- Termograma para el Sistema 2, muestra secada por liofilizado.

En la **Figura 43** se aprecia el termograma para el Sistema 2 para la muestra secada por liofilizado. Al inicio se registró un peso de 2.562 mg. En este termograma, se observa que desde el inicio de la corrida hay una pérdida de peso, representando un 10.35 % y se atribuye al agua coordinada que tiene la muestra. Las siguientes pérdidas son por la degradación de los grupos sulfónicos, sulfonas y de la cadena hidrocarbonada con un total aproximado de 48.86 %. Finalmente el residuo de 45.07 % debe componerse de sodio y CdS.

Se puede asumir por difracción de rayos-X que no se observa otra fase más que la del CdS. Al comparar el residuo del termograma de la **Figura 38**, el cual corresponde al PSSNa, con el del Sistema 2 podemos hacer la resta de los residuos, el resultado es de 14.22%, esto puede adjudicarse al CdS. En la última etapa del proceso de obtención de las nanopartículas de CdS se agregó un exceso del 100% del Na_2S , el cual regenera al PSS con todos sus iones sodio por completo al mismo tiempo que se precipita las nanopartículas CdS.

También se observa que no hay una pérdida en peso en el intervalo de 150- 100°C , correspondiente al $\text{Cd}(\text{OH})_2$ (**Figura 39**) lo que muestra que estas condiciones favorece la obtención de CdS y no la del $\text{Cd}(\text{OH})_2$. Una última pérdida en peso se presenta a los 600°C al igual que en el PSSNa, lo que indica que la estabilidad térmica del nanocompuesto obtenido en comparación con el PSSNa no se ve afectado por el proceso de liofilizado, descartando el comentario hecho en la sección 6.2.3.

6.2.3.2 Muestra secada a temperatura ambiente

El peso registrado al inicio de la prueba fue de 11.4110 mg. En el termograma presentado en la Figura 44, se puede localizar la primera pérdida de peso a los 31.34 °C, lo que representa el 12.82 % de pérdida, atribuida a agua coordinada existente en la muestra. Las pérdidas provenientes de los grupos sulfónicos, sulfonas y de la cadena hidrocarbonada suman un 48.188 % y el residuo de 38.99% que debe componerse de sodio y CdS.

Si se compara el residuo obtenido y el residuo en el poliestireno sulfonado de sodio (Figura 38), la diferencia de estos residuos es de 8.14 %, concluyendo la presencia de CdS.

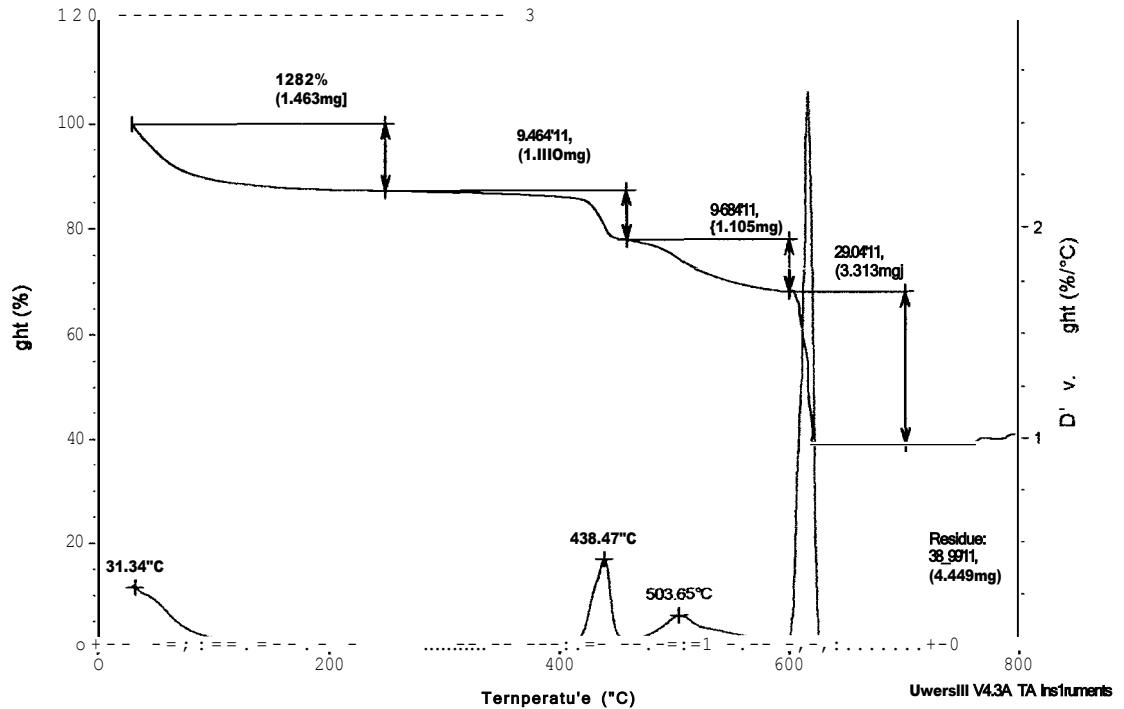


Figura 44.- Muestra secado al medio ambiente para la Sistema 2.

Los porcentajes obtenidos en este sistema son de 14.22 y 8.14 % para las muestras liofilizada y secada a temperatura ambiente respectivamente. Sin embargo en la Figura 44 se puede apreciar que la estabilidad térmica para la muestra secada a temperatura ambiente no

cambia al igual que en la muestra liofilizada. Se asume que al secar la muestra a temperatura ambiente o liofilizarla no hay diferencia significativa tal como se muestra en la Figura 43 y Figura 44 descartando el comentario hecho en la sección 6.2.3.

En base a la caracterización realizada para este sistema 2, se puede concluir que las modificaciones hechas al sistema 1 para poder lograr la síntesis de CdS fueron eficientes lográndose una obtención de estas por arriba del 10% como lo confirma la difracción de rayos-X y el análisis termogravimétrico.

6.3 Caracterización para el sistema 3

Una vez que el sistema 2 se obtuvo con éxito el CdS, se propuso un nuevo sistema, el cual fue nombrado sistema 3 y este fue generado a partir del sistema 2. Con la intención de obtener nanopartículas de CdS de menor tamaño que en el sistema 2.

La diferencia en este nuevo sistema se presenta en la manera de cargar a la matriz polimérica con iones Cd^{+2} . En este caso se añade el $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ fuera de la membrana de diálisis en lugar de una mezcla directa con la solución de PSSNa como se realizó en el sistema 2, mientras que en la segunda etapa el procedimiento es exactamente el mismo que se utilizó para el sistema 2.

Se propuso esta manera de cargar la matriz polimérica ya que posiblemente al tener la solución de $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ en el agua desionizada, la difusión de los iones Cd^{+2} por medio de gradientes de concentración en dirección hacia el contenido de la membrana de diálisis, el PSS podría no quedar cargado completamente con iones Cd^{+2} y al no quedar cargado completamente el PSS, podría una deficiencia de iones Cd^{+2} haciendo que esta deficiencia de iones Cd^{+2} contribuya a tener una separación entre iones de Cd^{+2} , esta separación actuará como una restricción provocando que la nucleación de las nanopartículas CdS sea favorecida sólo en los sitios cargados lo que se verá reflejado en la obtención de un tamaño

de partícula menor que en el sistema 2 (Figura 45). La disociación del $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ se esquematiza en la Figura 46.

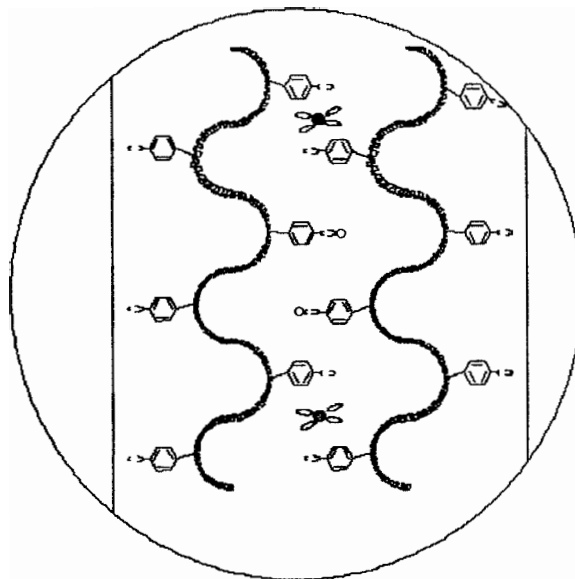


Figura 45.- PSS cargada con iones Na^+ y CdS , Na^+ , H_2O y CdS , O^- Na^+ , H_2O o O^- y CdS .



Figura 46.- Disociación de nitrato de cadmio en agua.

6.3.1 Caracterización por Difracción de rayos-X (XRD)

La Figura 47 muestra los patrones de difracción de rayos-X para el Sistema 3. Al igual que en el Sistema 2, se observa la formación del CdS en fase cúbica Hawleyite. En

este caso los tamaños de partículas obtenidos a partir de la ecuación de Scherrer fueron 6.24 nm para la muestra liofilizada y 6.01 nm cuando se secó a temperatura ambiente.

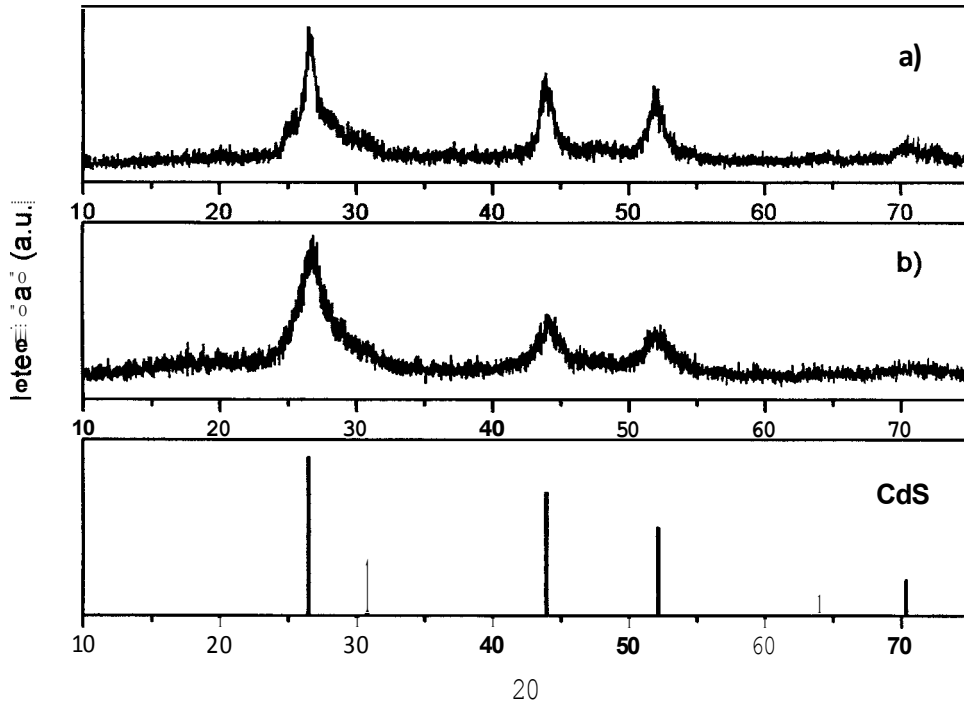


Figura 47.- Patrón de difracción de Rayos-X del Sistema 3, a) muestra liofilizada, b) muestra secada temperatura ambiente. En la parte inferior: líneas verticales indican la reflexión de CdS en masa con estructura cúbica Hawleyite.

Se concluye que los tamaños de partícula obtenidos para este sistema (6.24 y 6.01 nm), no difieren a los obtenidos en el sistema 2 (6.74 y 6.77 nm). Esto podría ser atribuido a que la deficiencia de iones Cd^{+2} en el poliestireno sulfonado, no es un factor que influya en el proceso de nucleación de la nanopartícula de CdS. En base a los resultados obtenidos se observa, que al agregar la solución de Na_2S al poliestireno sulfonado cargado con iones Cd^{+2} , primero se intercambian los iones Na^+ por los Cd^{+2} , para regenerar al PSS dejando suelto a los iones Cd^{+2} que reaccionan con los iones HS^- y las nanopartículas

empiezan a crecer al mismo ritmo que en el sistema 2, produciendo un tamaño de partícula muy similar.

6.3.2 Caracterización por Espectroscopía de UV-Vis (UV-Vis)

En la **Figura 48** se muestran los espectros de UV-Vis para los sistemas 2 y 3, para poliestireno sulfonado de sodio al 4% y CdS en masa. Al igual que en el Sistema 2, para la caracterización por espectroscopia de UV-Vis se escogió la muestra secada a temperatura ambiente.

Revisando los espectros se puede ver que las absorciones iniciales son similares en los sistemas 2 y 3.

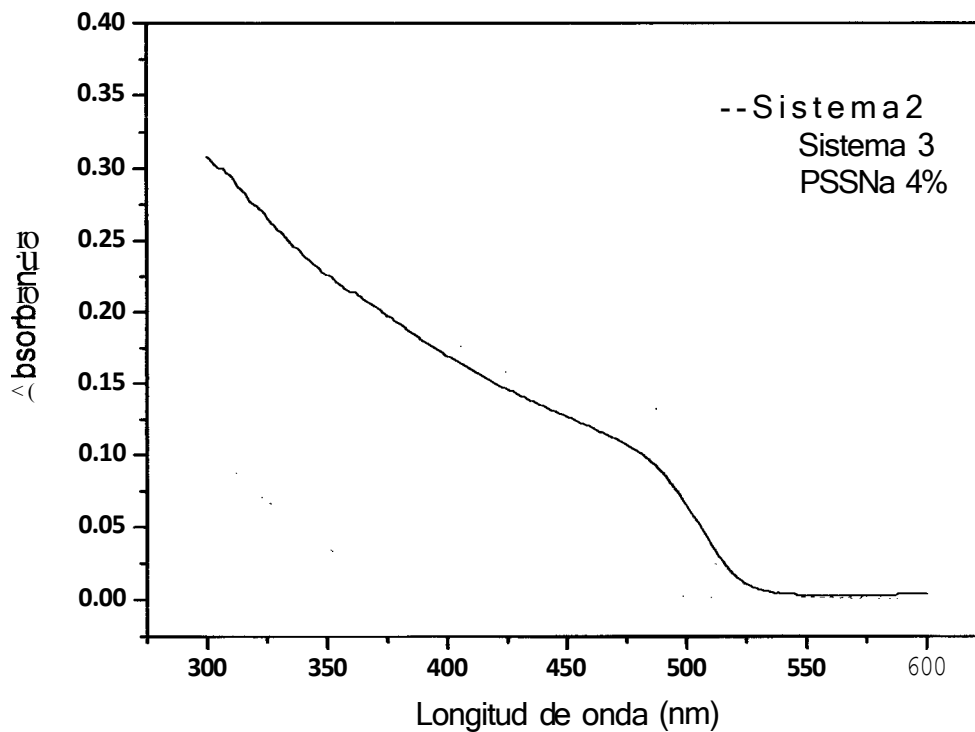


Figura 48.- Espectros de UV-Vis: Sistema 2 y 3, PSSNa al 4%, CdS en masa.

El espectro de UV-Vis para el sistema 3 se muestra en la **Figura 49**, con el cual se calcula una absorción inicial de 520 nm, un tamaño de partícula de 8.25 nm y una banda prohibida fue de 2.395 eV.

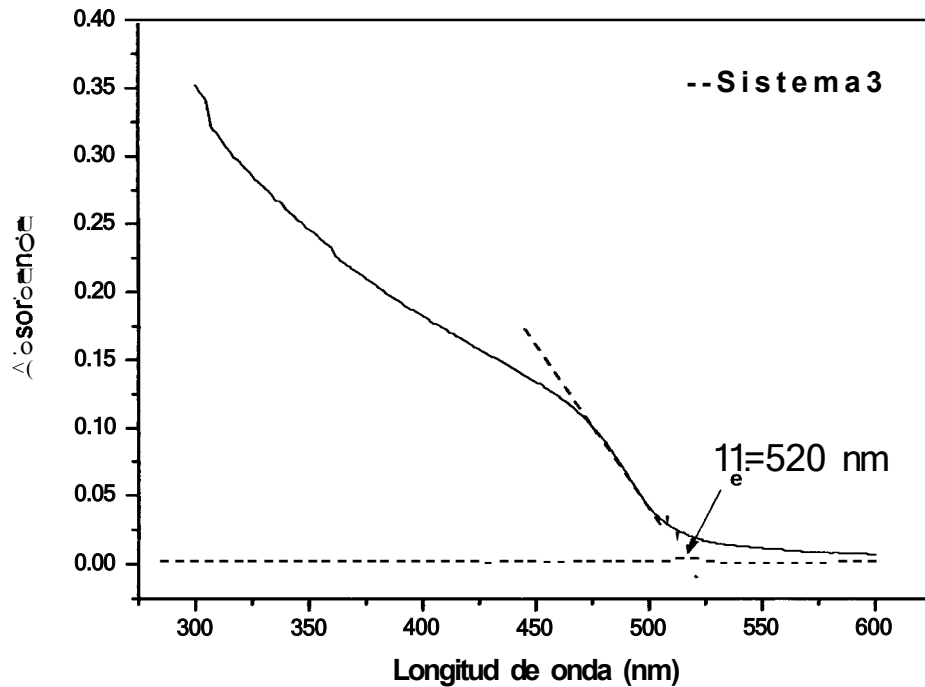


Figura 49.- Espectro de UV-Vis para el Sistema 3.

A continuación (**Tabla 2**), se muestra un resumen de los resultados obtenidos para los dos últimos sistemas en base a los resultados por UV-Vis, en los cuales podemos notar una diferencia mínima.

Tabla 2.- Tamaño de partícula y banda prohibida por UV-Vis para el sistema 2 y 3.

	Sistema2	Sistema 3
Absorción inicial	525nm	520nm
Tamaño de partícula	9.13 nm	8.25 nm
Banda prohibida	2.365 eV	2.395 eV

6.3.3 Análisis Termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico se hizo para las dos muestras obtenidas, liofilizada y secada a temperatura ambiente.

6.3.3.1 Muestra secada por liofilizado

El termograma de esta muestra se presenta en la Figura 30. El peso inicial fue de 8.6220 mg y a una temperatura de 31.64 °C se presenta la primer pérdida de peso, 11.05 % lo cual corresponde al agua de coordinación presente en la muestra. Las pérdidas posteriores relativas a los grupos sulfónicos, sulfonas y de la cadena hidrocarbonada suman una pérdida de 36.517 % y de 52.42% para el residuo. De igual forma se puede apreciar que la estabilidad térmica de esta muestra no es afectada por el proceso de secado, mostrándose la última pérdida en peso a 600°C.

Haciendo la comparación con el termograma de la Figura 38 tendremos que un 21.57% corresponden para las nanopartículas de CdS.

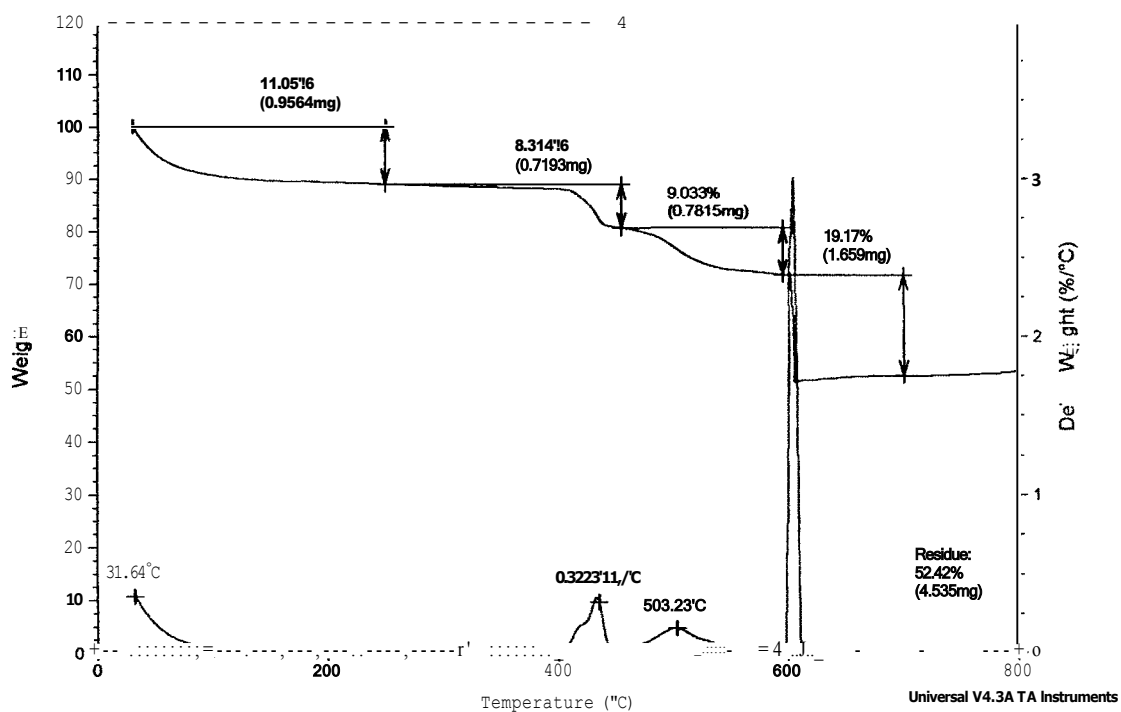


Figura 50.- Sistema 3 secado por liofilizado.

6.3.3.2 Muestra secada a temperatura ambiente

En la **Figura 51** se reporta el termograma para la muestra secada a temperatura ambiente. Al inicio se registró un peso de 17.9240 mg y se puede apreciar la primer pérdida de peso a los 33.73 °C, que representa el 12.57 % de la pérdida por el agua coordinada. Las siguientes tres pérdidas corresponden a los grupos sulfónicos, sulfonas y de la cadena hidrocarbonada con un total de 46.411 % y por último, un residuo de 41.01%. Si este residuo se compara con el de la **Figura 38** tendremos una diferencia de 10.16%, que corresponde a las nanopartículas de CdS.

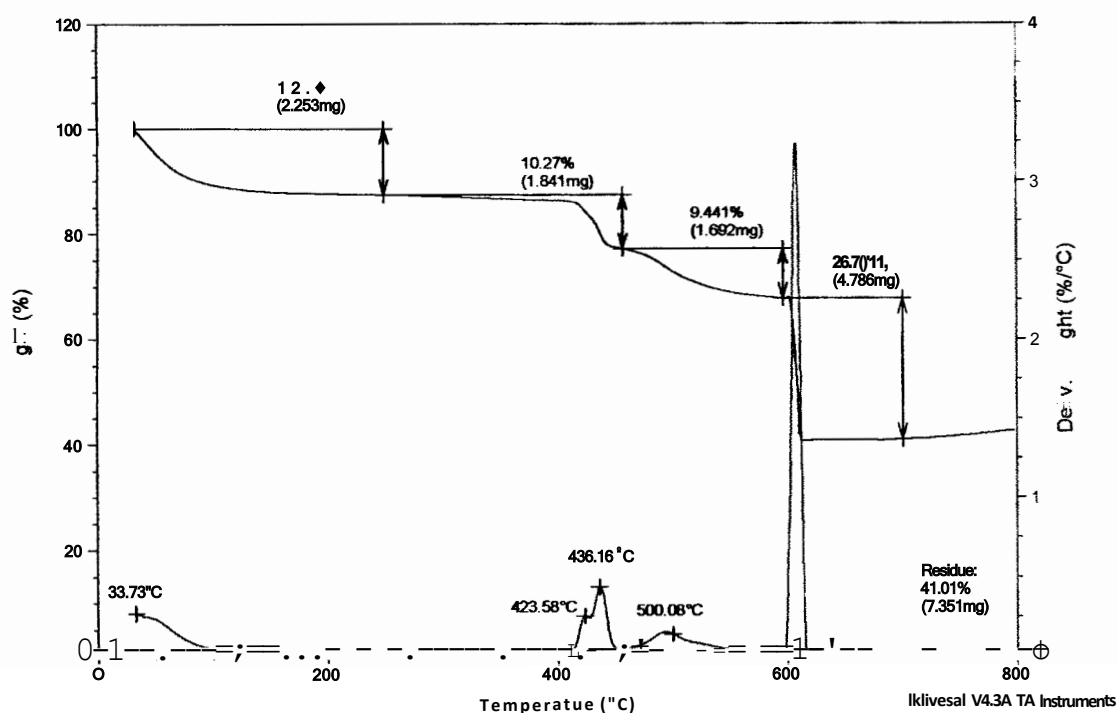


Figura 51.- Sistema 3 secado a temperatura ambiente

Los porcentajes obtenidos en este sistema fueron, para la muestra liofilizada un 21.57% y para la secada a temperatura ambiente un 10.16%; y aunque se esperaría que los porcentajes fueran parecidos, la diferencia es de 14%. Lo anterior puede ser atribuido a que en la primera etapa de intercambio de los iones Na^+ por Cd^{+2} el PSSNa no se intercambia completamente. De cualquier manera se puede concluir que con este sistema es posible obtener nanopartículas de CdS.

En base a los resultados mostrados en cada sistema, queda claro que los sistemas más eficientes en la obtención de la nanopartículas de CdS, son el sistema 2 y 3. Al hacer la comparación entre estos sistemas para elegir uno, el cual será el precursor en la preparación del nanocompuesto magnético-semiconductor, observamos que entre estos dos sistemas no hay una diferencia significativa. El tamaño de partículas obtenidas por difracción de rayos-X difieren -0.5 nm, a la vez que los espectros de UV-Vis son muy parecidos.

En donde sí se observa una marcada diferencia es en la caracterización por análisis termogravimétrico donde el sistema 3 tiene una considerable discrepancia en los resultados obtenidos para la muestra liofilizada y la secada a temperatura ambiente. Para el sistema 2 se observa una mayor relación con los resultados obtenidos para esta caracterización y es por ello que se optó por el sistema 2.

6.4 Análisis elemental del Sistema 2

Una vez seleccionado el sistema 2 se le realizó un análisis elemental con la finalidad de cuantificar el porcentaje de CdS contenido en el nanocompuesto. La **Tabla 3** muestra la cantidad, los pesos atómicos y el porcentaje de los elementos presentes en la unidad repetitiva de la estructura principal propuesta para el sistema 2 (**Figura 52**), esto con el fin de hacer una comparación del porcentaje teórico obtenido para el CdS y los porcentajes obtenidos experimentalmente, por Análisis Elemental (obtenidos por Galbraith laboratories, Inc), para las muestras liofilizada y secada al medio ambiente.

Tabla 3.- Porcentaje de los elementos del producto obtenido (propuesto) para el sistema 2.

Cantidad	Elemento	Peso atómico (gr/mol)	Porcentaje (%)
16	Carbono	192.18	34.51
14	Hidrogeno	14.11	2.53
3	Azufre	96.2	17.28
6	Oxígeno	95.99	17.24
2	Sodio	45.98	8.26
1	Cadmio	112.41	20.19
	Total	556.87	100

Basado en los datos de la **Tabla 3**, obtenemos el porcentaje teórico del CdS, lo cual corresponde a 25.94 %

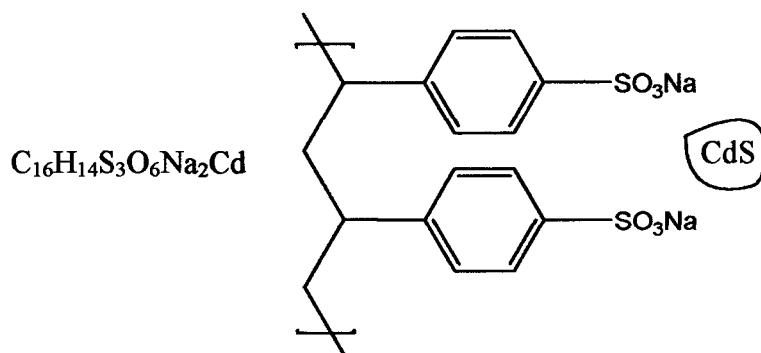


Figura 52.- Esquema de la estructura principal del producto obtenido (poliestireno sulfonado de sodio con la nanopartícula de CdS)

En la figura anterior se muestra la estructura propuesta para nuestro nanocompuesto obtenido. Esta estructura está basada en la reacción general de una resina de intercambio iónico (Figura 53)

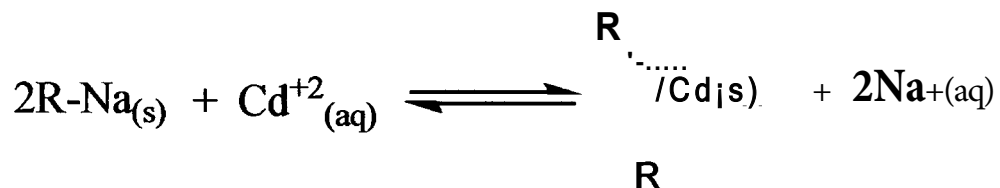


Figura 53.- Esquema general de la reacción de intercambio iónico de una resina

La **Tabla 4** muestra todos los elementos de la estructura propuesta para el sistema 2, el porcentaje teórico de los elementos de esta estructura así como los porcentajes para el carbono, hidrogeno, azufre y cadmio en las muestras: liofilizada y secada al medio ambiente, estas últimas obtenidas por análisis elemental.

Si tomamos como base 100 gr. de la muestra liofilizada, de acuerdo con los datos de la **Tabla 4**, tenemos 25.2 gr de Cd^{+2} , lo que corresponden a 0.2241 moles de Cd^{+2} . Para el S, 15.72 gr equivalen a 0.1634 moles, que sería nuestro reactivo limitante en la formación de CdS. A partir de estos cálculos obtenemos 23.17% de CdS.

De la misma manera, para la muestra secada al medio ambiente en **18.5** gr de Cd^{+2} , tenemos **0.16** moles y **14.77** gr. de S lo cual corresponde a **0.1535** moles, con lo cual obtenemos un **22.17%** de CdS.

Tabla 4.- porcentaje teórico y porcentaje obtenido por análisis elemental (muestra liofilizada y secada al medio ambiente) para la estructura principal del sistema 2.

Elemento	Porcentaje teórico (%)	Liofilizada 1013-28-01 (%)	Secada al medio ambiente 1013-28-02 (%)
Carbono	34.51	27.31	27.27
Hidrogeno	2.53	2.85	2.72
Azufre	17.28	15.72	14.77
Oxígeno	17.24		
Sodio	8.26		
Cadmio	20.19	25.2	18.5
CdS	25.94	23.17	22.17

Los resultados obtenidos del análisis elemental según las muestras del sistema 2, sugieren que se tiene un exceso de Cd^{+2} , lo cual indicaría que algunos sitios quedaron cargados con iones Cd^{+2} como se muestra en la **Figura 54**, atribuyéndose a que los iones no reaccionaron por completo con los iones HS^- para formar el CdS. Al mismo tiempo que se puede apreciar que el porcentaje teórico del CdS es **25.94 %** y los obtenidos por el análisis elemental corresponden a **23.17%** y **22.17%** para la muestra liofilizada y la muestra secada al medio ambiente, respectivamente.

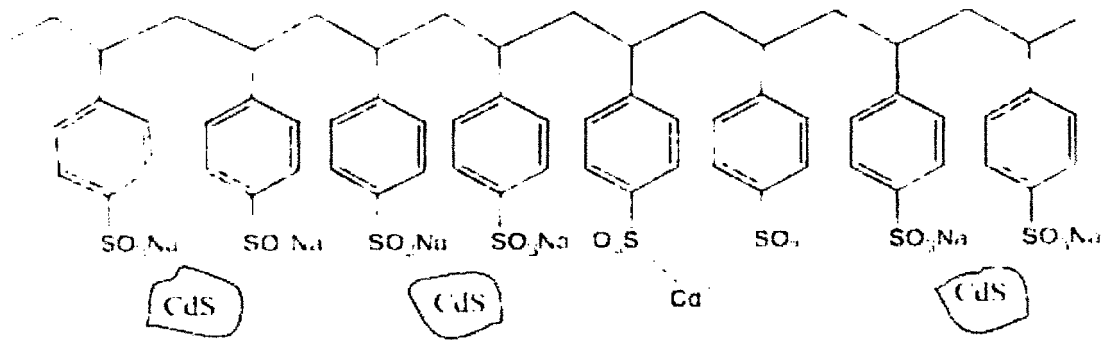


Figura 54.- Estructura de poliestireno sulfonado de sodio con partículas de CdS con algunos sitios cargados con iones Cd.

El análisis elemental es bastante preciso ya que a diferencia del análisis termogravimétrico que se basa en la medida de la variación de la masa de una muestra cuando es sometida a un programa de temperatura en una atmósfera controlada; el análisis elemental se basa en la combustión en ambiente de oxígeno puro de la muestra a analizar, a temperaturas arriba de los 1000°C . Con esta combustión se consigue convertir las moléculas orgánicas de la muestra en gases simples (CO_2 , H_2O , N_2 , etc.).

Una vez producidos, los gases se presurizan y se separan mediante una columna cromatográfica. Finalmente, se mide la cantidad de cada uno de ellos gracias a sus diferentes conductividades térmicas.

6.5 Caracterización por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) para el sistema 2

Después de haber escogido el sistema 2, se utilizó Microscopía Electrónica de Transmisión con la finalidad de determinar la morfología y el tamaño de las nanopartículas de CdS.

En la Figura 55, se muestra la forma de las partículas donde se puede apreciar que tienden a ser esféricas, con irregularidades. A partir de esta micrografía se generó la distribución de tamaño de partícula (Figura 57), con tamaños en un intervalo que va de 5.25 nm a 10.75 nm con un máximo a 7.75 nm. El diámetro promedio de partícula es de 8.0 ± 0.6 nm.

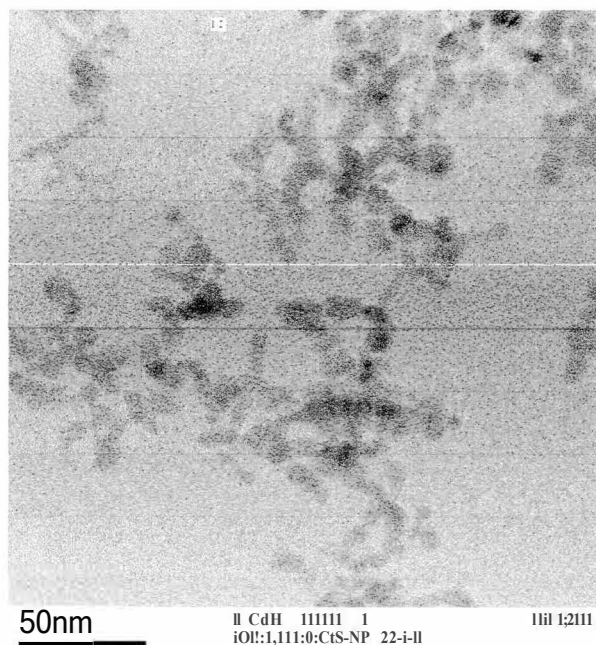


Figura 55.- Micrografía (TEM) 80000X, Nanocompuesto PSS-CdS

Al mismo tiempo se obtuvieron imágenes (Figura 56) por microscopía electrónica de transmisión electrónica de alta resolución HRTEM donde los datos del espaciamiento del plano teórico (111) en la fase cúbica es de 0.30715 nm y para esta muestra por difracción

de electrones es de 0.3105 nm lo cual corresponde a la fase cúbica corroborándose los datos obtenidos por difracción de rayos-X.

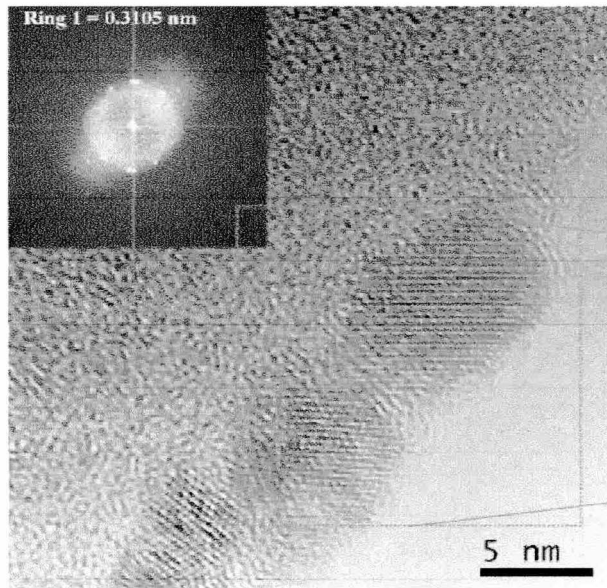


Figura 56.- Micrografía (TEM), Nanocompuesto PSS-CdS.

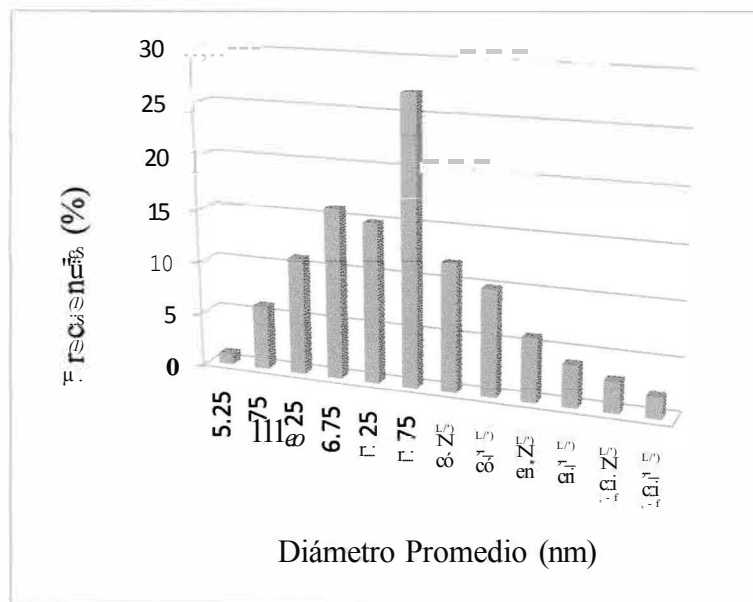


Figura 57.- Distribución de tamaño de partícula de CdS en PSSNa.

6.6 Caracterización por Magnetometría

Uno de los objetivos de este trabajo fue la síntesis de un nanocompósito que contuviera partículas semiconductoras y partículas magnéticas. Para la obtención de este nanocompósito se eligió el sistema 2 (CdS-PSSNa). La obtención del nanocompósito magnético con partículas semiconductoras fue realizada por la adicción de partículas magnéticas (las cuales se obtuvieron de un ferrofluido acuoso base maghemita (γ -Fe₂O₃) que fueron sintetizados con anterioridad [28, 29]) al nanocompósito CdS-PSSNa del sistema 2. El siguiente paso fue secar el nanocompósito obtenido para poder caracterizarlo por magnetometría de muestra vibrante.

El lazo de histéresis para el nanocompósito magnético-semiconductor se presenta en la **Figura 58**, en la que se observa un campo coercitivo de $H_c = 130$ Oe y una magnetización de saturación de 0.4 emulo que sugiere un comportamiento ferromagnético a diferencia del comportamiento superparamagnético normalmente observado en un ferrofluido. Esto podría ser atribuido a que las nanopartículas semiconductoras están interactuando con las nanopartículas magnéticas o a la presencia de aglomerados e incluso puede ser producto de la descomposición del ferrofluido durante el proceso de obtención del compuesto lo cual se tendrá que analizar a futuro; con base en los resultados mostrados por la gráfica de histéresis podemos concluir que este nanocompósito tiene un comportamiento magnético.

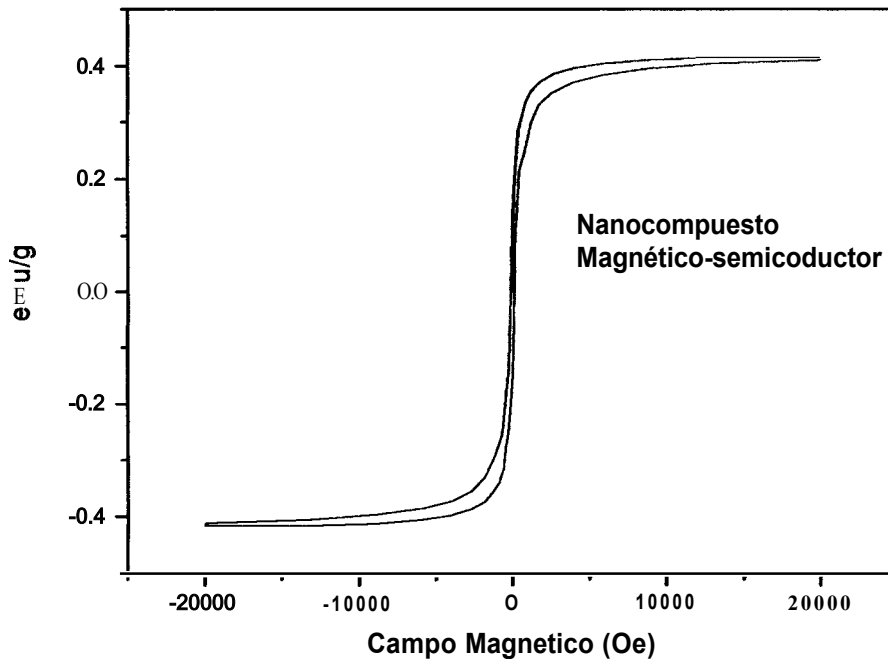


Figura 58.- Lazo de histéresis del nanocompuesto magnético-semiconductor.

6.7 Caracterización de las nanopartículas de CdSe y CdTe

Durante el desarrollo de este trabajo de maestría también se realizó la síntesis del CdSe y la del CdTe esto como un trabajo adicional con el objetivo de optimizar la síntesis de estos compuestos, para después en un trabajo futuro poderlas incorporar en una matriz polimérica como es el PSSNa.

6.7.1 Caracterización para el CdSe

La síntesis de las nanopartículas de Seleniuro de cadmio (CdSe) se realizó en dos etapas: síntesis del seleniuro ácido de sodio (NaHSe) y una segunda, en la cual a partir de este compuesto se sintetizaron las nanopartículas de CdSe.

6.7.1.1 Caracterización por Difracción de rayos-X (XRD)

Con la finalidad de observar la formación de nanopartículas de Seleniuro de cadmio, el tipo de fase obtenida, y el tamaño de partícula, se realizó un estudio por medio de difracción de rayos-X. El patrón a corresponde a la muestra secada mediante liofilización. Se observa la formación de CdSe, en la fase cúbica (**Figura 59**). El tamaño de partícula se calculó por la Ecuación de Scherrer[44], resultando de 3.8nm.

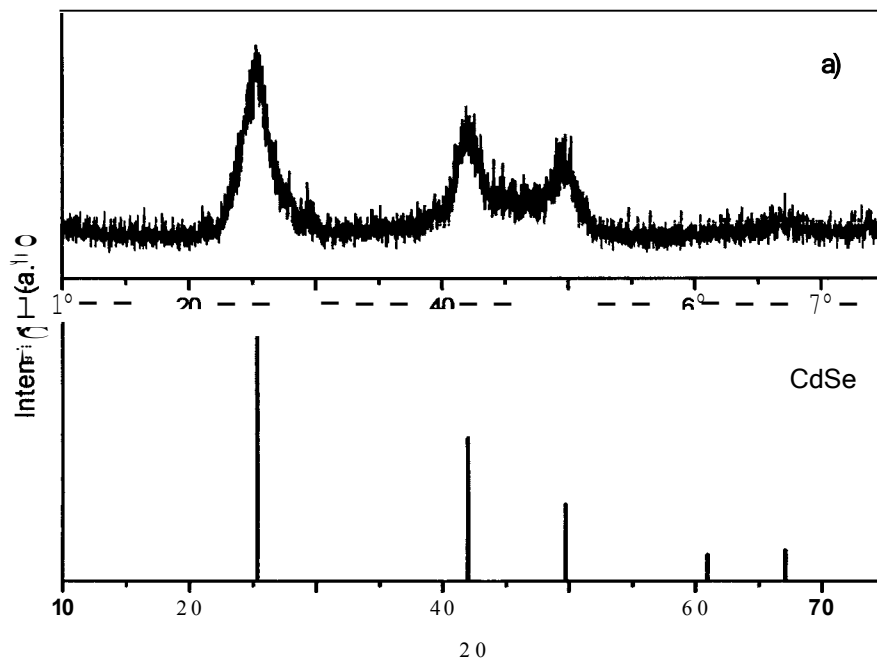


Figura 59.- Patrón de difracción de Rayos-X para el CdSe, a) patrón de difracción de muestra liofilizada, sección de abajo, líneas verticales indican la reflexión de CdSe estructura cúbica.

Los resultados obtenidos por difracción de rayos-X muestran que, a partir de estas condiciones, se obtiene CdSe llegando a obtener partículas de 3.8 nm lo cual corrobora la viabilidad del método para la síntesis de nanopartículas de CdSe.

6.7.2 Caracterización para el CdTe

La síntesis de las nanopartículas de telurio de cadmio (CdTe) se realizó en dos etapas: síntesis del telenuro ácido de sodio (NaHTe) y una segunda, la cual a partir de este compuesto se sintetizó las nanopartículas de CdTe.

6.7.2.1 Caracterización por Difracción de rayos X (XRD)

Con la finalidad de observar la formación de Telurio de cadmio, y saber la fase obtenida, se realizó un estudio por medio de difracción de rayos-X. El patrón a corresponde a la muestra secada mediante liofilización. Se observa la formación de CdTe (**Figura 60**) en la fase cúbica.

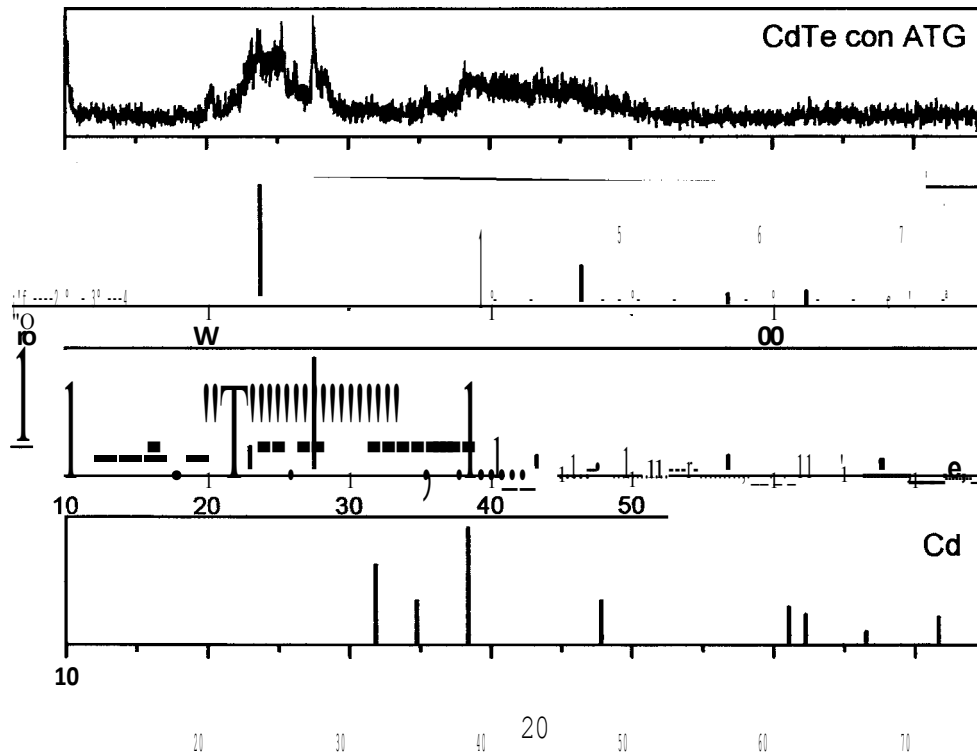


Figura 60.- Patrón de difracción de Rayos-X para el CdTe, a) patrón de difracción de muestra liofilizada, sección de abajo, líneas verticales indican la reflexión de CdTe estructura cúbica.

Los resultados obtenidos por difracción de rayos-X muestran la formación parcial del CdTe a partir de estas condiciones, al mismo tiempo se puede apreciar la presencia de Te, lo cual indica que la reacción no se llevó a cabo por completo; sin embargo, la formación parcial de este compuesto da pauta para seguir optimizando este proceso de síntesis para un trabajo a futuro.

7 Conclusiones

Después de analizar los resultados de este trabajo podemos arribar a las siguientes conclusiones.

- ./ Mediante intercambio iónico fue posible sintetizar sulfuro de cadmio en el poliestireno sulfonado de sodio.
- ./ La obtención de nanopartículas de sulfuro de cadmio para el sistema 2 ($\text{PSSNa}^+ + (\text{CdNO}_3)_2$ in-situ - $\text{PSSCd}^{+2} + \text{Na}_2\text{S}$ in-situ) y el sistema 3 ($\text{PSSNa}^+ + (\text{CdNO}_3)_2$ ex-situ - $\text{PSSCd}^{+2} + \text{Na}_2\text{S}$ in-situ), fue satisfactoria, confirmándose por difracción de rayos-X. Los tamaños de partículas obtenidos por XRD para estos sistemas son muy parecidos en el orden de - 6.5 nm pues en la última etapa la adición del precursor se realiza de la misma forma, ocurriendo un proceso de nucleación de la misma manera en ambos casos. La diferencia entre estos sistemas esta en el análisis termogravimétrico ya que el sistema 3 tiene una mayor variación en peso con los datos obtenidos entre la muestra liofilizada y secada al medio ambiente que en el sistema 2, por esta razón se opto por el sistema 2 como el precursor en la obtención del nanocompuesto magnético-semiconductor.
- ./ Los resultados observados por análisis termogravimétrico en el sistema 3 pueden ser atribuidos a la forma de cargar a la matriz de poliestireno sulfonado de sodio con iones Cd^{+2} y al tiempo de residencia que se deja la solución de $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ para cargar a la matriz, dando como resultado que la matriz no queda cargada totalmente y esto viéndose reflejado en la discordancia mostrada en los datos obtenidos por TGA.
- ./ Las síntesis de nanopartículas de sulfuro de cadmio para el sistema 1 ($\text{PSSNa}^+ + (\text{CdNO}_3)_2$ in-situ - $\text{PSSCd}^{+2} + \text{Na}_2\text{S}$ ex-situ) fue deficiente, corroborándose este dato por difracción de rayos-X. Esto es debido a que un factor importante en este proceso de obtención del CdS es el pH del medio puesto que el ion Cd^{+2} tiende a

formar $\text{Cd}(\text{OH})_2$ en un medio básico. En este sistema el pH se encuentra en 8.2 haciendo que el precursor del CdS que es el HS^- se encuentre en desventaja y no tenga el medio con las características óptimas para la producción de CdS.

- ./ Tomando como base al azufre, los resultados obtenidos por Análisis Elemental, arrojan un 23.17 y 22.17 % de CdS contenido en la muestra liofilizada y secada al medio ambiente, respectivamente para el sistema 2.
- ./ La caracterización por TEM permitió establecer el tamaño de partícula para el CdS con un diámetro promedio de 8.0 ± 0.6 nm para el sistema 2 así como que la forma de estas que tienden a ser esférica con irregularidades.
- ./ Por magnetometría se muestra que el compuesto magnético semiconductor tiene un comportamiento ferromagnético, con propiedades magnéticas que resultan de la dilución de la carga magnética en la matriz de CdS y poliestireno.

8 Trabajo a futuro

Realizar una caracterización estructural y magnética del nanocompuesto magnético-semiconductor para conocer la tendencia del arreglo entre partícula-partícula (magnética-semiconductora). Además poder establecer las interacciones entre ellas y como afectan estas interacciones y sus arreglos en sus propiedades magneto-ópticas.

Establecer los parámetros como son: concentración de los precursores de las nanopartículas de CdS, solvente, temperatura y pH, con el objetivo de encontrar los parámetros óptimos en la obtención de nanopartículas de CdS más pequeñas que las obtenidas en nuestro sistema 2.

Sintetizar y caracterizar nanocompuestos basados en nanopartículas de CdSe y CdTe (cadmio calcógenos) utilizando un poliestireno sulfonado de sodio con el propósito de comparar los resultados con los nanocompuestos obtenidos en este proyecto de investigación y poder saber cuáles son las ventajas y desventajas de cada material.

9 Referencias

- [1] M. P. F. Antolini, T. Di Luccio, R. Terzi, M. Schioppa, M. Re, L. Mirengi, L. Tapfer, **Materials Letters** **2005**, **59**, 3181
- [2] R. F. Ziolo, E.P.G., B. A. Weinstein, M. P. O'Horo, B. N. Ganguly, V. Mehrotra, M. W. Russell, D. R. Huffman, **Science** **1992**, **257**, 219.
- [3] J. H. Koo, **Polymer Nanocomposites Processing, Characterization, and Applications**, McGraw-Hill **2001**.
- [4] W. Luo, S. J. Pennycook, S. T. Pantelides, **Nano Lett.** **2007**, **7**, 3134.
- [5] S. Chen, Y. Yang, **J. Am. Chem. Soc.** **2002**, **124**, 5280.
- [6] S. Kubo, A. Diaz, Y. Tang, T. S. Mayer, I. C. Khoo, T. E. Mallouk, **Nano Letters** **2007**, **7**, 3418.
- [7] S. Santra, H. Yang, P. H. Holloway, J. T. Stanley, R. A. Mericle, **J. Am. Chem. Soc.** **2005**, **127**, 1656.
- [8] H. T. U. Igor L. Medintz, Ellen R. Goldman and Hedí Mattoussi, **Nature Materials** **2005**, **4**, 435.
- [9] R. B. Timothy Jamieson, Daniela Petrova, Rachael Pocock, Mo Imani, Alexander M. Seifalian, **Biomaterials** **2007**, **28**, 4717.
- [10] N. Duxin, F. Liu, H. Valí, A. Eisenberg, **J. Am. Chem. Soc.** **2005**, **127**, 10063.
- [11] C. Wang, B. L. Wehrenberg, C. Y. Woo, P. Guyot-Sionnest, **J. Phys. Chem. B** **2004**, **108**, 9027.
- [12] N. Gaponik, D. V. Talapin, A. L. Rogach, K. Hoppe, E. V. Shevchenko, A. Kornowski, A. Eychmüller, H. Weller, **J. Phys. Chem. B** **2002**, **106**, 7177.
- [13] J. Qian, K.-T. Yang, I. Roy, T. Y. Ohulchanskyy, E. J. Bergey, H. H. Lee, K. M. Tramposch, S. He, A. Maitra, P. N. Prasad, **J. Phys. Chem. B** **2007**, **111**, 6969.
- [14] S. S. Narayanan, S. K. Pal, **J. Phys. Chem. B** **2006**, **110**, 24403.
- [15] P. S. R. Maranganti, in **Handbook of Theoretical and Computational Nanotechnology**, Vol. 1 (Ed: M. R. a. W. Schommers), American Scientific Publishers, **2005**, 1.
- [16] A. Eychmüller, **J. Phys. Chem. B** **2000**, **104**, 6514.
- [17] E. Lifshitz, A. Glozman, I. D. Litvin, H. Porteanu, **J. Phys. Chem. B** **2000**, **104**, 10449.
- [18] F. G. Helfferich, **Ion Exchange**, Dover Publications, **INC., New York 1995**.
- [19] R. Paterson, **An Introduction to Ion Exchange**, Heyden & Son, Ud., London **1970**.
- [20] A. A. Zagorodni, **Ion Exchange Materials, Properties and Applications.**, Elsevier, Oxford **2007**.
- [21] M. R. Adrey V. Dobrynin, **Progress in Polymer Science** **2005**, **30**, 1049.
- [22] Z. Z. Min liu, Xiaofeng Wang, Jun Xu, Kun Yang, Qiang Cuí, Xin Chen, Minyuan Cao, Jian Weng, Qiqing Zhang, **Polymer** **2007**, **48**, 5767.
- [23] R. M. Cornell, U. Schwermann, **The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrence and Uses**, John Wiley and Sons Ltd, New York **1996**.

-
- [24] N. Gaponik, I. L. Radtchenko, G. B. Sukhorukov, A. L. Rogach, *Langmuir* 2004, 20, 1449.
- [25] D. S. Wang, J. B. He, N. Rosenzweig, Z. Rosenzweig, *Nano Letters* 2004, 4, 409.
- [26] S. K. Mandal, N. Lequeux, B. Rotenberg, M. Tramier, J. Fattaccioli, J. Bibette, B. Dubertret, *Langmuir* 2005, 21, 4175.
- [27] N. Insin, J. B. Tracy, H. Lee, J. P. Zimmer, R. M. Westervelt, M. G. Bawendi, *Aes Nano* 2008, 2, 197.
- [28] R. F. Ziolo, *U.S. Patent 5,567,564*, 1996.
- [29] R. F. Ziolo, *U.S. Patent 5,714,536*, 1998.
- [30] J. L. H. Xianfeng Chen, Peter J. Dobson, Gareth Wakefield, *J Colloid and Interface Science* 2008, 319, 140.
- [31] J. L. Xiaozhou Li, Jieli Tang, Jing Kang, Yihua Zhang, *J. Lumin.* 2007, 128, 1229.
- [32] H. Zhang, Z. Zhou, B. Yang, M. Y. Gao, *J. Phys. Chem. B* 2003, 107, 8.
- [33] M. Moffitt, H. Valí, A. Eisenberg, *Chem. Mater.* 1998, 10, 1021.
- [34] L. Spanhel, M. Haase, H. Weller, A. Henglein, *J. Am. Chem. Soc.* 1987, 109, 5649.
- [35] J. Charles F. Baes, Robert E. Mesmer, *The Hydrolysis of Cations*, Krieger Publishing Company, New York 1986.
- [36] J. G. Speight, *Lange's Handbook of Chemistry*, McGraw-Hill, New York 2005.
- [37] P. S. Nair, T. Radhakrishnan, N. Revaprasadu, G. Kolawole, P. O'Brien, *J. Mater. Chem* 2002, 12, 2722.
- [38] K. Hu, M. Brust, A. J. Bard, *Chemistry of Materials* 1998, 10, 1160.
- [39] I. Ichinose, J. Huang, Y.-H. Luo, *Nano Lett.* 2005, 5, 97.
- [40] I. Ichinose, K. Kurashima, T. Kunitake, *J. Am. Chem. Soc.* 2004, 126, 7162.
- [41] Y.-H. Luo, J. Huang, I. Ichinose, *J. Am. Chem. Soc.* 2005, 127, 8296.
- [42] M. Ye, H. Zhong, W. Zheng, R. Li, Y. Li, *Langmuir* 2007, 23, 9064.
- [43] K. S. a. E. A. Secco, *Canadian Journal of Chemistry* 1967, 45, 1375.
- [44] H. Borchert, E. V. Shevchenko, A. Robert, I. Mekis, A. Kornowski, G. Grubel, H. Weller, *Langmuir* 2005, 21, 1931.

•

•

•

•

•

•

•

•