



# TiO<sub>2</sub> obtenido por el proceso sol gel asistido con microondas

María Mota-González<sup>a\*</sup>, Hernan Hernández-Carrillo<sup>b</sup>, Marco Alaniz-Hernandez<sup>b</sup>, Felipe Morales-Olazo<sup>c</sup>, Amanda Carrillo-Castillo<sup>b</sup>

<sup>a</sup> CONACYT-Instituto de Ingeniería y Tecnología, Universidad Autónoma de Ciudad Juárez, Cd. Juárez, México

<sup>b</sup> Instituto de Ingeniería y Tecnología, Universidad Autónoma de Ciudad Juárez, Cd. Juárez, México.

<sup>c</sup> Universidad Tecnológica de Ciudad Juárez, Cd. Juárez, México

\*Corresponding author: mllmotago@conacyt.mx

**Abstract**—TiO<sub>2</sub> powders were synthesized by sol gel process assisted by microwave; the synthesis was carried out during 3.5 min and 24 hours of aging. The titanium source was studied in the process synthesis, the materials obtained were chemical, optical and microstructural characterized. The particle size obtained was 500 nm in anatase phase.

**Keywords**— TiO<sub>2</sub>, sol gel process, microwave oven.

**Resumen**—Reportamos el desarrollo del dióxido de titanio TiO<sub>2</sub> empleando el método sol gel asistido con microondas, el proceso empleado reporta un tiempo de síntesis de 3.5 min y tiempo de envejecido de 24 horas. Se estudió el efecto de la concentración de la fuente de titanio sobre las propiedades finales de los materiales obtenidos. Los materiales se estudiaron química, óptica y microestructuralmente, en donde la distribución de tamaños de partículas oscila alrededor de los 500 nm en fase anatasa.

**Palabras Claves**— TiO<sub>2</sub>, sol gel, microondas convencional

## I. INTRODUCCIÓN

El TiO<sub>2</sub> es un material ampliamente estudiado en la última década, su estudio, han tenido gran interés en el desarrollo de nuevo materiales activos, al extraer sus propiedades según su dimensión [1]. Sin embargo, el tipo de estructura o especie que pueden presentar, permiten llevar un control de las propiedades tanto químicas, ópticas, eléctricas y magnéticas. Y, por tanto, para controlar los parámetros deseados, según la aplicación a la que se desee dirigir. Se han realizado investigaciones acerca de nuevas técnicas de síntesis, que a su vez ofrezca procesos de bajo costo y por ende Nps más accesibles [2]. Los cuales van desde procesos a base de una combinación de energía calor, presión, vacío, atmósferas, hasta procesos más amigables con el medio ambiente.

Otra característica parte, por ejemplo, el TiO<sub>2</sub>, absorbe luz en la región ultravioleta del espectro electromagnético y que además presenta un comportamiento anfótero el cual lo hace un material químicamente estable, por lo que, la combinación de materiales en el área de semiconductores, ha representado un campo de oportunidad de estudio en el

desarrollo de este material, con la finalidad de aprovechar la alta absorbancia que presentan según su tamaño, así como resistividad eléctrica [2]. Otra característica del TiO<sub>2</sub> es su capacidad de emitir luz a determinadas longitudes de onda, donde a menor tamaño de partícula, menor será la longitud de onda a la cual emitan luz [1], Además, ha sido ampliamente usado para la degradación de moléculas orgánicas debido al comportamiento fotocatalítico que presenta bajo efecto de luz ultravioleta. También ha sido ampliamente utilizado en la fabricación de sensores de gas, recubrimiento anticorrosivo, pigmento en la fabricación de pinturas [3] entre otros.

Además, han sido ampliamente utilizadas en apoyo a la salud, en tratamientos de pie diabético, donde Tessa López, et al., realizaron un tratamiento a base de óxido de silicio y TiO<sub>2</sub>, obteniendo resultados satisfactorios por inhibición del crecimiento de bacterias [4], debido a la alta biocompatibilidad que presentan este material [5]. En este trabajo nos enfocamos a la obtención de TiO<sub>2</sub> por el proceso sol gel y evitar sistemas cerrados y temperaturas altas, por control química del proceso en apoyo al medio ambiente y extraer las bondades bioactivas enfocadas a la salud.

## Desarrollo experimental.

### Materiales y equipo.

- Isopropóxido de Titanio (Aldrich Chemistry al 97%).
- Isopropanol (CTIR UPS al 99.986%).
- Agua desionizada.
- Vaso de precipitado PYREX de 80 ml.
- 3 vasos de precipitado PYREX de 10 ml.
- Cristalizador PYREX
- Platina de calentamiento.
- Agitador magnético.
- Microondas Whirpool.
- Matraz Kitasato PYREX de 500 ml.
- Embudo Büchner.
- Papel filtro No. 6 Whatman.
- Termómetro.

## II. METODOLOGÍA

Se llevó a cabo la síntesis de polvos de  $\text{TiO}_2$  mediante el proceso sol gel, utilizando el precursor isopropóxido de titanio en tres concentraciones diferentes, 0.87 ml (0.0028 mol), 1.24 ml (0.004 mol) y 2.7 ml (0.0089 mol), en 40 ml de isopropanol respectivamente para el cual se empleó como reactor un vaso de precipitados de 100ml provisto con agitador magnético, después, a cada concentración por separado se le incorporó un sistema de solventes compuesto de 1 ml de isopropanol y 0.52 ml de agua desionizada a temperatura ambiente, el proceso de síntesis se lleva a cabo empleando un baño de calentamiento con aceite común a 80 °C alternando tiempos de 1 min en cada adición y agitación constante a 800 rpm durante todo el proceso, extendiendo la agitación al final durante 30 s siendo 3.5 minutos el tiempo de reacción. Terminado el proceso, se retiró del baño de aceite y se selló con Parafilm. El sistema de reacción formó dos fases un precipitado y líquido transparente. El precipitado se dejó reposar durante 24 hrs. Pasado el tiempo de reposo, se retiró la fase líquida, y el sólido contenido en vaso de precipitados se cubrió con papel secante y se secaron en microondas (Whirpool) durante 6 min y 20 seg realizando intervalos de 4 s de exposición y 40 s de reposo, alternadamente.

El sólido seco fue lavado en 40 ml de agua desionizada a 37 °C y Filtrado a vacío, el cual emplea un matraz Kitasato provisto con embudo Büchner y un papel filtro Watman #6.

Finalmente, los polvos de  $\text{TiO}_2$  se secaron sobre una platina de calentamiento a 37 °C durante 5 min el producto final fue un polvo fino color blanco con distribución de tamaños de menores a 500 nm confirmado en el estudio óptico.

## III. RESULTADOS

Los polvos de  $\text{TiO}_2$  obtenidos fueron dispuestos a estudio químico, óptico y microestructural, como se muestra a continuación.

### Caracterización de los polvos de $\text{TiO}_2$ .

#### Espectroscopía de radiación infrarroja.

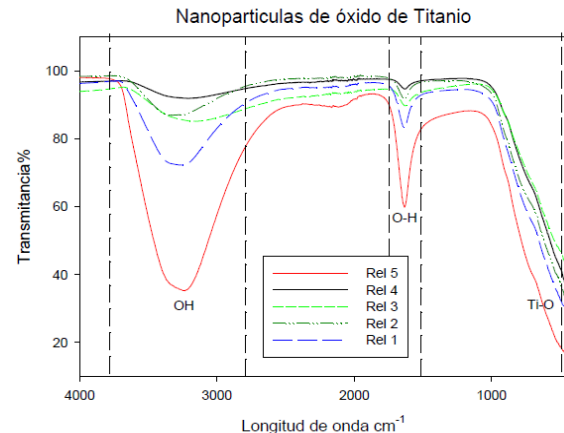
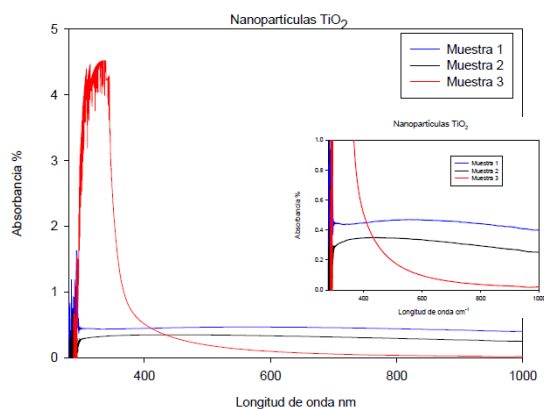


Figura 1. Espectro de infrarrojo de los polvos de  $\text{TiO}_2$ .

En la Figura 4, se observan las bandas de interacción entre los H-OH en la región a  $2700 \text{ cm}^{-1}$  y los  $3600 \text{ cm}^{-1}$ , las cuales son características de las tensiones vibracionales entre los enlaces de este tipo, es importante señalar que la señal incrementa conforme se aumenta la cantidad del precursor de  $\text{TiO}_2$  en el proceso de síntesis. La banda situada entre los  $1400 \text{ cm}^{-1}$  y  $1650 \text{ cm}^{-1}$  se debe a la absorción de agua, mientras que la banda registrada entre los  $1000 \text{ cm}^{-1}$  y  $400 \text{ cm}^{-1}$  se debe a los enlaces de tipo Ti-O-Ti [7-8].

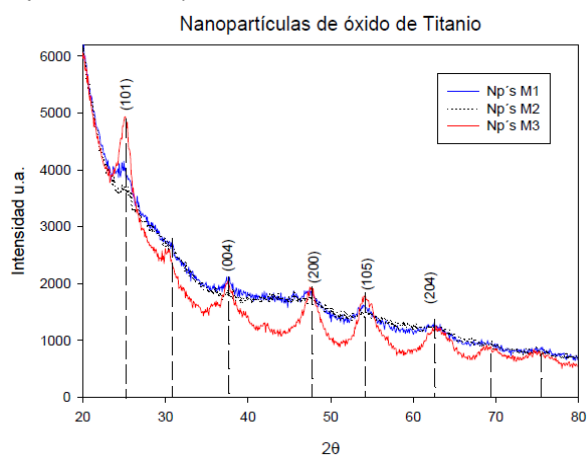
### 3.1 Espectroscopía de Ultravioleta Visible.

En la Figura 2, se presenta el espectro de absorción en donde el borde de absorción a longitudes de onda de entre 350 nm y los 400 nm es característico de la fase anatasa del  $\text{TiO}_2$ . Sin embargo, se confirmó que el tamaño de partícula se modifica cuando la concentración de isopropóxido de titanio se emplea con concentraciones variables en la etapa de hidrólisis durante la formación del  $\text{TiO}_2$  [8]. En donde el máximo de absorción de observado en la muestra 3 representa un efecto de hipercromía por aumento del precursor que para este caso se empleó 0.0028 mol muestra 1, 0.004 mol muestra 2 y 0.0089 mol muestra 3, esta última con máximo de absorción cerca de 4.5% de absorbancia proporcional a la mayor concentración de moles de isopropóxido y el borde de absorción alrededor de los 490 nm.



**Figura 2.** Espectro de Absorbancia de UV-Vis de los polvos de TiO<sub>2</sub>.

### Difracción de rayos X.



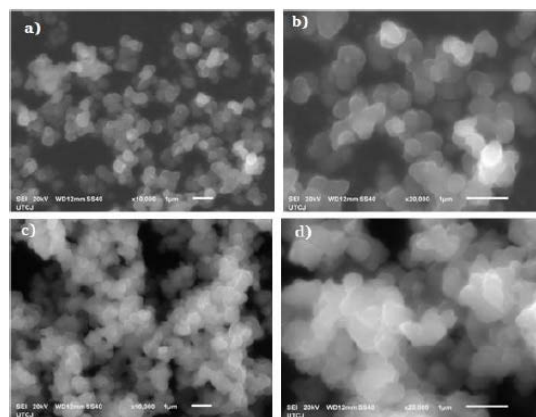
**Figura 3.** Patrones de difracción de rayos X de los polvos de TiO<sub>2</sub>.

Como se observa en la Figura 3, la muestra 3 de TiO<sub>2</sub>, presentó los ángulos de difracción en  $2\theta = 25^\circ, 30^\circ, 37^\circ, 47^\circ, 53^\circ, 62^\circ, 69^\circ$  y  $75^\circ$ , los patrones son características de la fase anatasa del TiO<sub>2</sub> como lo reporta la literatura [4-6]. Sin embargo, para las muestras 1 y 2, se puede apreciar una atenuación en la fase, en donde los ángulos son señales de menor intensidad, esto se debe a la baja concentración de la fase obtenida en estas muestras siendo la muestra 3 de mayor definición en los ángulos de difracción.

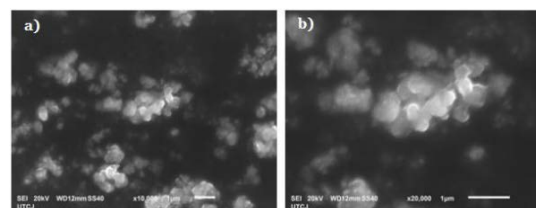
### 3.2 Microscopía electrónica de barrido.

En las Figura 4 y 5, se observan los polvos de TiO<sub>2</sub> obtenido en las diferentes concentraciones de isopropóxido de titanio, en las cuales, la morfología predominante es la esférica, con una distribución de tamaño menor a los 500 nm. Sin embargo, se puede apreciar una aglomeración en el material obtenido a mayor concentración de isopropóxido (Figura 5 a) y 5 b). Confirmado por una distribución de tamaños homogéneo como se puede apreciar en la Figura 4 a), b), quedando como intermedio la distribución observada

en las Figura 4 c) y d) en donde se distingue los tamaños de forma más clara y variable que en las micrografías de las muestras sintetizadas a concentraciones mayores de isopropóxido. Por lo tanto en la síntesis aquí propuesta se puede emplear la proporción de isopropóxido de titanio como agente dispersante, proponemos un estudio entre la concentración intermedia y la mayor concentración para identificar el punto de saturación y la tolerancia antes de la aglomeración del material.



**Figura 4.** TiO<sub>2</sub> 0.0028 mol a) 10,000X y b) 20,000X, TiO<sub>2</sub> con 0.0040 mol c) y 10,000X y d) 20,000X.



**Figura 5.** TiO<sub>2</sub> con 0.0089 mol a) 10,000X y b) 20,000X.

### CONCLUSIONES

Se obtuvo de manera satisfactoria polvos de TiO<sub>2</sub> empleando el método sol gel y asistido con microondas convencional

La técnica de microondas no mostró efectos negativos durante la síntesis de TiO<sub>2</sub> proporcionando una herramienta adecuada en las propiedades finales del material.

La morfología del material fue esférica como lo reporta la literatura, con un tamaño menor a los 500 nm. Concluyendo que durante la hidrólisis se puede obtener de forma aislada favoreciendo esta morfología proporcionando una mayor dispersión en concentraciones bajas de isopropóxido de titanio durante la hidrólisis, mientras que en presencia de concentraciones altas de este precursor, se da la aglomeración en el material y una morfología menos definida por tal efecto.

En tanto que la fase obtenida fue del orden de la anatasa, la cual se reporta como la fase responsable del comportamiento bioactivo y fotocatalítico del material.

#### REFERENCIAS

- [1] R. Diaz del Castillo, "Introducción a los nanomateriales," *Lecturas de ingeniería*, vol. 20, 2012.
- [2] B. Juárez, "Nanopartículas semiconductoras coloidales y aplicaciones," in *Anales de la Real Sociedad Española de Química*, 2011, pp. 229-236.
- [3] M. Andrea, V. Urbano, Y. O. Fernández, P. Mosquera, J. Enrique, and R. Páez, "sintetizadas por métodos químicos Nanoparticles of TiO<sub>2</sub> ,anatasephase synthesized by chemical methods," 2011.
- [4] T. L. Göernea, C. E. Rodríguez, and R. Á. C. Pérezb, "Uso de la nanopartícula de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> en el tratamiento de úlceras en pie diabético: comunicación preliminar," *Revista de la Facultad de Medicina UNAM*, vol. 58, pp. 6-12, 2015.
- [5] S. Wu, Z. Weng, X. Liu, K. W. K. Yeung, and P. K. Chu, "Functionalized TiO<sub>2</sub> Based Nanomaterials for Biomedical Applications," pp. 5464–5481, 2014.
- [6] J. M. H. Enríquez, L. A. G. Serrano, B. H. Z. Soares, R. G. Alamilla, B. B. Z. Resendiz, and T. D. A. Sánchez, "Síntesis y Caracterización de Nanopartículas de N-TiO<sub>2</sub> – Anatasa," vol. 21, no. 4, pp. 1–5, 2008.
- [7] H. Pan, X. Wang, S. Xiao, L. Yu, and Z. Zhang, "Preparation and characterization of TiO<sub>2</sub> nanoparticles surface-modified by octadecyltrimethoxysilane," vol. 20, no. December, pp. 561–567, 2013.
- [8] M. M. Ba-abbad, A. A. H. Kadhum, A. B. Mohamad, and M. S. Takriff, "Synthesis and Catalytic Activity of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles for Photochemical Oxidation of Concentrated Chlorophenols under Direct Solar Radiation," vol. 7, pp. 4871–4888, 2012.