



# 5th International Symposium on Master Engineering *Booklets*



RENIECYT - LATINDEX - Research Gate - DULCINEA - CLASE - Sudoc - HISPANA - SHERPA UNIVERSIA - Google Scholar DOI - REDIB - Mendeley - DIALNET - ROAD - ORCID - V|LEX - EBSCO

## Title: Effect of high-energy attrition grinding and Nb doping on titanite (CaTiSiO<sub>5</sub>) semiconductor properties

Authors: Carbó-Vela, Pablo César, Almanza-Robles, José Manuel and  
Rodríguez-García, José Amparo

Editorial label MARVID: 607-8695

BMARVID Control Number: 2025-01

BMARVID Classification (2025): 021025-0001

Pages: 19

RNA: 03-2010-032610115700-14

### MARVID-México

Park Pedregal Business. 3580,  
Anillo Perif., San Jerónimo  
Aculco, Álvaro Obregón,  
01900 Ciudad de México, CDMX,  
Phone: +52 1 55 6159 2296  
Skype: MARVID-México S.C.  
E-mail: [contact@marvid.org](mailto:contact@marvid.org)  
Facebook: MARVID-México S. C.  
X: [@Marvid\\_México](https://twitter.com/Marvid_México)


[www.marvid.org](http://www.marvid.org)

### Holdings

Mexico	Colombia	Guatemala
Bolivia	Cameroon	Democratic
Spain	El Salvador	Republic
Ecuador	Taiwan	of Congo
Peru	Paraguay	Nicaragua

## Contenido de la presentación

- Introducción
- Objetivos
- Metodología experimental
- Resultados y discusión
- Conclusiones




**LOS 13 SEMICONDUCTORES**

12	13	14	15	16
IIb	IIIA	IVA	Va	VIA
	B			
	Al	Si	P	S
	Ga	Ge	As	Se
	In	Sb	Te	

Metales (left), No metales (right), Metaloides (bottom-right).

## SEMICONDUCTORES

Banda de conducción	Banda de conducción	Banda de conducción
$E_g$	$E_g$	
Banda de valencia	Banda de valencia	Banda de valencia
Aislante $E_g = 5-10\text{eV}$	Semiconductor $E_g = 0,5-2\text{eV}$	Conductor No hay $E_g$



**SEMICONDUCTOR EXTRÍNSECO TIPO P**  
Silicio dopado con Aluminio

## ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA

## DOPAJE EN DIÓXIDO DE TITANIO Y EN TITANITA

## EJEMPLOS DE SEMICONDUCTORES CON ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA



**Objetivo general:**

Evaluar el efecto del dopaje con niobio (Nb) y de la molienda de alta energía por atrición en la titanita ( $\text{CaTiSiO}_5$ ) y, obtenidos por medio de síntesis de reacción en estado sólido, sobre las propiedades semiconductoras.



## Objetivos particulares:

Sintetizar el compuesto cerámico  $\text{CaTiSiO}_5$  por reacción en estado sólido.

Estudiar el efecto del dopante (Nb) en la cinética de formación de la titanita por reacción en estado sólido.

Determinar el efecto de los dopantes (Nb) sobre la estructura cristalina, el potencial electroquímico por voltametría cíclica y la banda prohibida por espectroscopia UV-vis de la titanita.

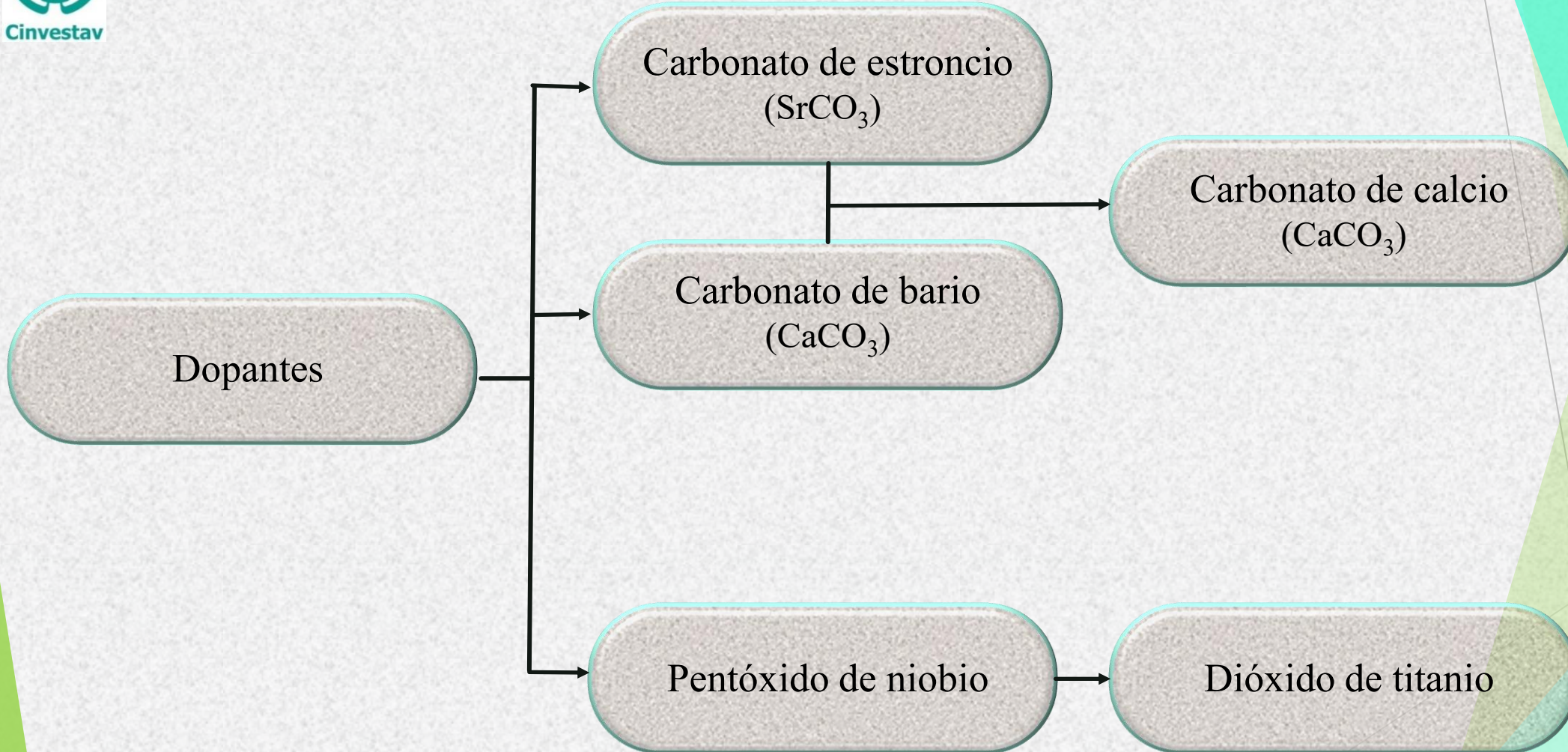
Determinar las propiedades semiconductoras de compuestos seleccionados base  $\text{CaTiSiO}_5$ , para su aplicación antibacterial.

## Síntesis por reacción en estado sólido

A continuación, se mencionan las especificaciones de los reactivos empleados para la obtención de la titanita por reacción en estado sólido.

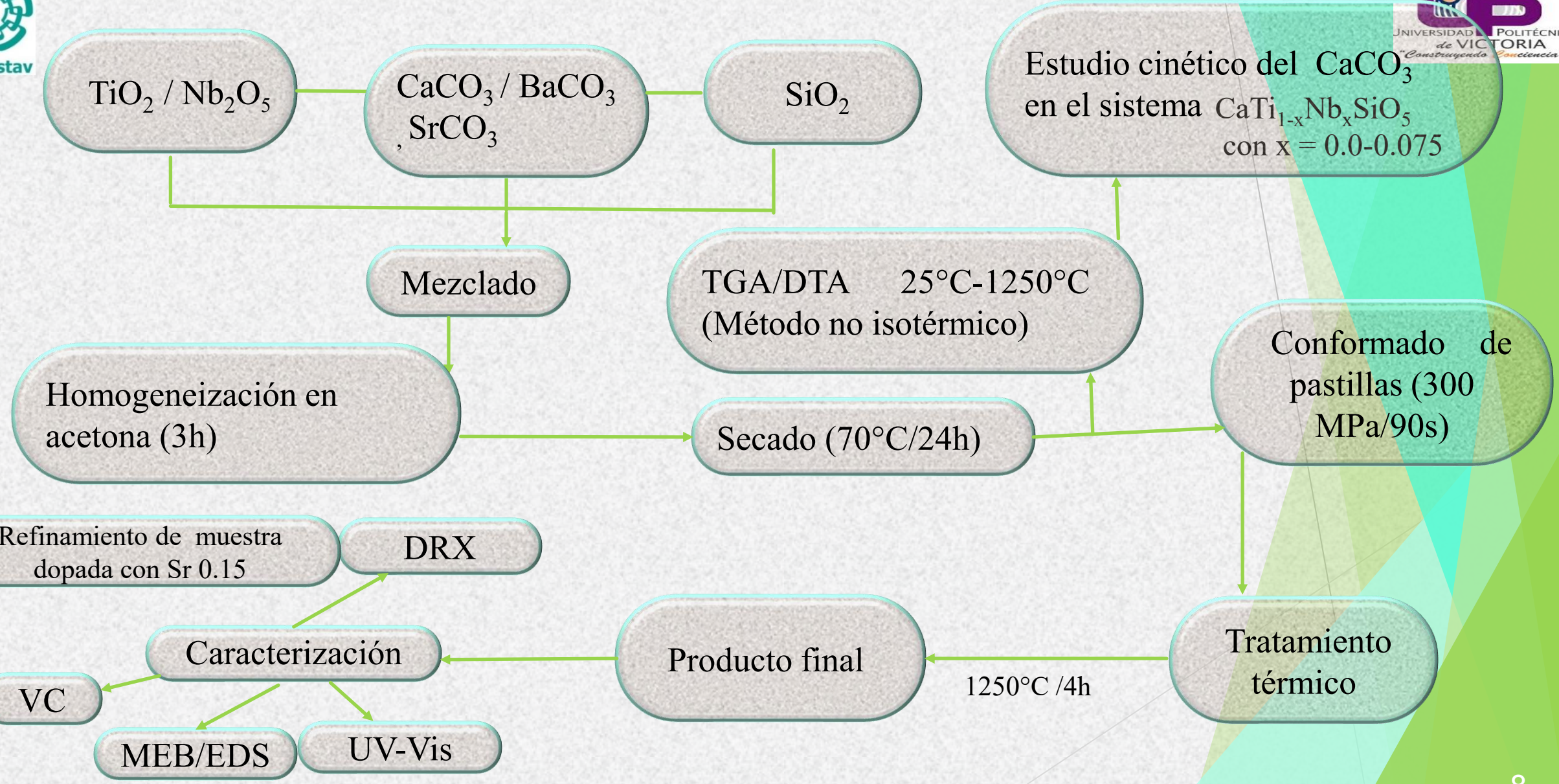
**Tabla . Materiales y reactivos usados para la obtención de la titanita por reacción en estado sólido.**

Reactivo/Material	Fórmula	% Pureza	Proveedor
Dióxido de titanio (anatasa)	TiO <sub>2</sub>	99	MERCK
Carbonato de calcio	CaCO <sub>3</sub>	99	BARMEX
Sílice	SiO <sub>2</sub>	99	Materias Primas Minerales de San José
Carbonato de estroncio	SrCO <sub>3</sub>	99	SOLVAY
Carbonato de bario	BaCO <sub>3</sub>	99	SOLVAY
Pentóxido de niobio	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	99	INFRAMAT
Acetona	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O		JALMEX



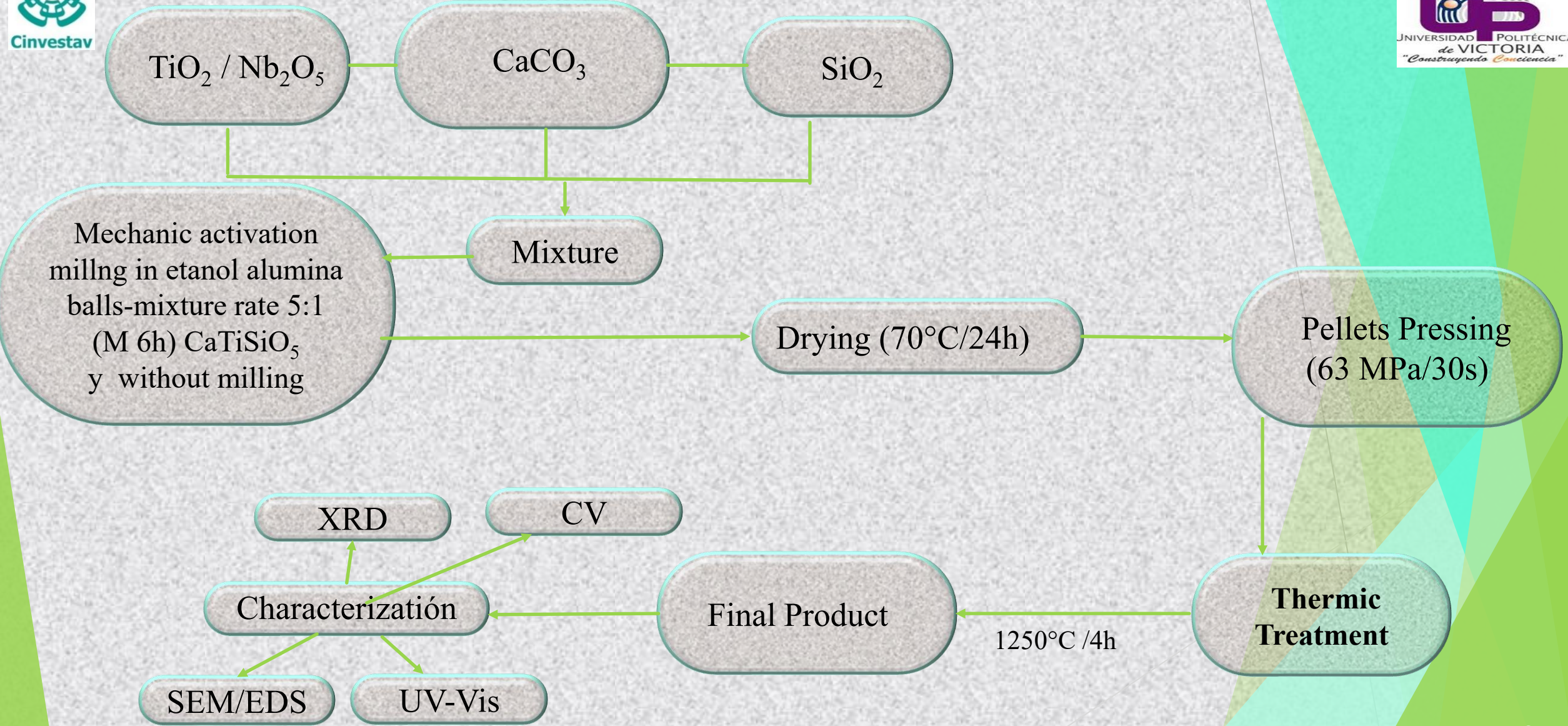


# Preparación de las muestras sin molienda mecánica





# Preparación de las muestras con molienda mecánica



# Evaluación de la actividad fotoelectrocatalítica

Metodología experimental



**Medio electrolítico:**  
(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 0.5 M

**Electrodos:**  
✓ Referencia Ag/AgCl  
✓ Trabajo: Carbón vítreo  
✓ Contraelectrodo: Grafito

**Muestras (sin molienda):**

CaTiSiO<sub>5</sub>,  
Ca<sub>1-x</sub>Sr<sub>x</sub>TiSiO<sub>5</sub> con x = 0.05 y 0.15.  
Ca<sub>1-x</sub>Ba<sub>x</sub>TiSiO<sub>5</sub> con x = 0.05 y 0.075,  
CaTi<sub>1-x</sub>Nb<sub>x</sub>SiO<sub>5</sub> con x = 0.05, 0.1 y 0.15

Pesaje  
p/muestra  
(5mg)

**Prep. de Tinta:**

0.5 ml de 2-propanol + 10µl  
Nafion + muestra

Baño  
ultrasónico

Dispersión de tinta  
10 min

10µl de  
tinta

15 min

No

Si

Recubrimiento en celda de trabajo

Voltametría cíclica

sin/con fuente de luz

Potenciostato y  
simulador solar  
(100mW/cm<sup>2</sup>)

**Computadora:**

**Activación:** 50 mV/s en el rango de -200 a +800 mV

**3 ciclos:** 20 mV/s en el rango de -200 a +900 mV,  
Se toma lectura del ultimo barrido

**Rango de Reducción:** 5 mV/s -600 a +500mV

**Rango de Oxidación:** 5 mV/s +500 a +1700 mV.

**Muestras (sin molienda):**

$\text{CaTiSiO}_5$  y  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Nb}_x\text{SiO}_5$  con  $x = 0.1$

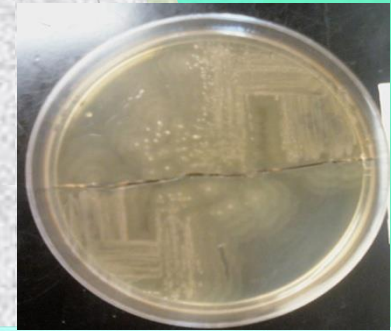
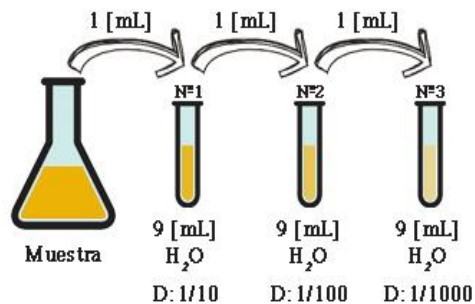
**Preparación del agar nutritivo:** 15 g/lit de agua

**Esterilización de las muestras:** Solución en cloro al 3%

**Dilución de las bacterias (*E. coli*):** Después de ser diluidas la concentración total de bacterias por mililitro fue de  $9.48 \times 10^3$

**Sembrado de bacterias en cajas Petri:** 300 microlitros

**Colocación de las pastillas (muestras) en las cajas Petri:** De 2 por caja y a  $38^\circ\text{C}/24\text{h}$



## Análisis por DRX

Muestras sometidas  
a molienda mecánica y  
Sin dopaje

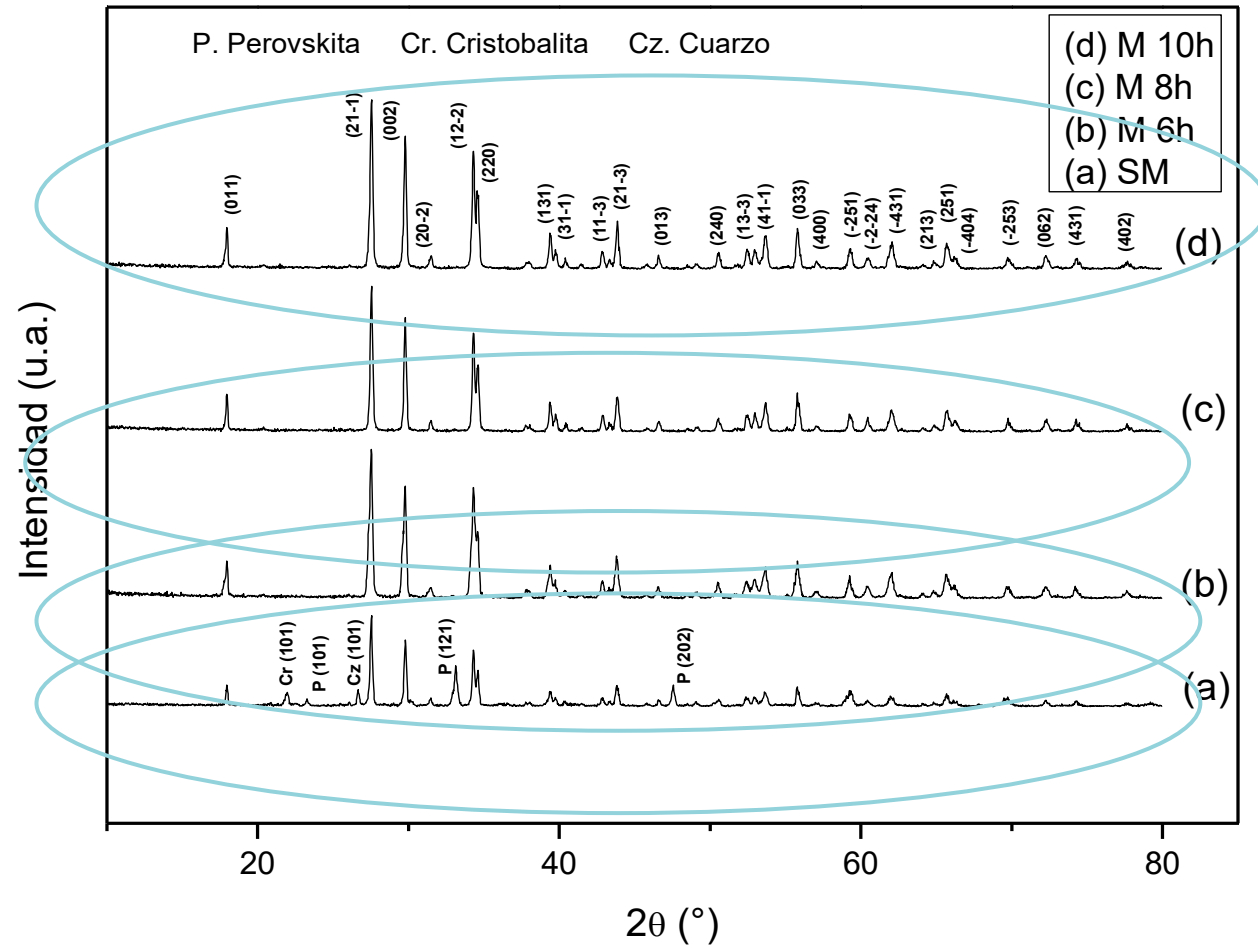


Figura. Patrones de DRX de las muestras base titanita (a) SM y, (b, c y d) M 6h, M 8h y M 10h respectivamente.

**Tabla. Análisis semicuantitativo de las muestras sin dopar sin molienda y con molienda a diferentes tiempos.**

Composición	Temp(°C)/Tiempo (h)	Titanita (%)	Otras fases (%)
SM (CaTiSiO <sub>5</sub> sin molienda)	1250/4	81.1	Cristobalita 1.3 Cuarzo 3.0 Perovskita 14.0
M 6h (CaTiSiO <sub>5</sub> molienda 6 horas)	1250/4	100	
M 8h (CaTiSiO <sub>5</sub> molienda 8 horas)	1250/4	100	
M 10h (CaTiSiO <sub>5</sub> molienda 10 horas)	1250/4	100	

**Al someter a las muestras a molienda mecánica de alta energía por atrición se promovió la formación del compuesto en una sola fase (titanita).**

# Refinación de la muestra $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiSiO}_5$ , con $x = 0.15$ . mediante el Método de Rietveld y el programa *Fullprof*

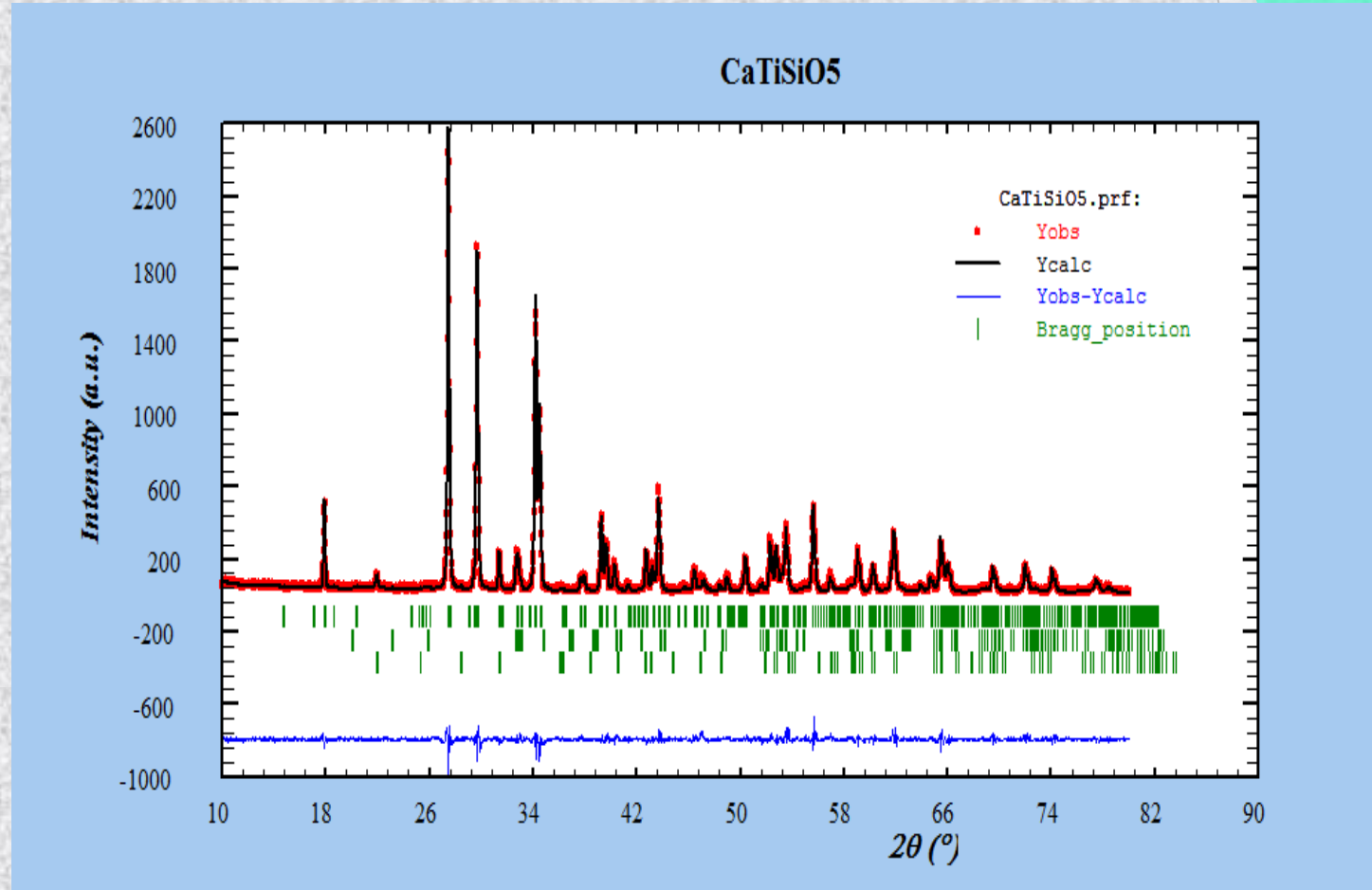


Figura. Las barras verticales verdes representan las posiciones de los picos de cada fase identificada. La primera corresponde a la titanita, la segunda a la perovskita y la tercera a la cristobalita.

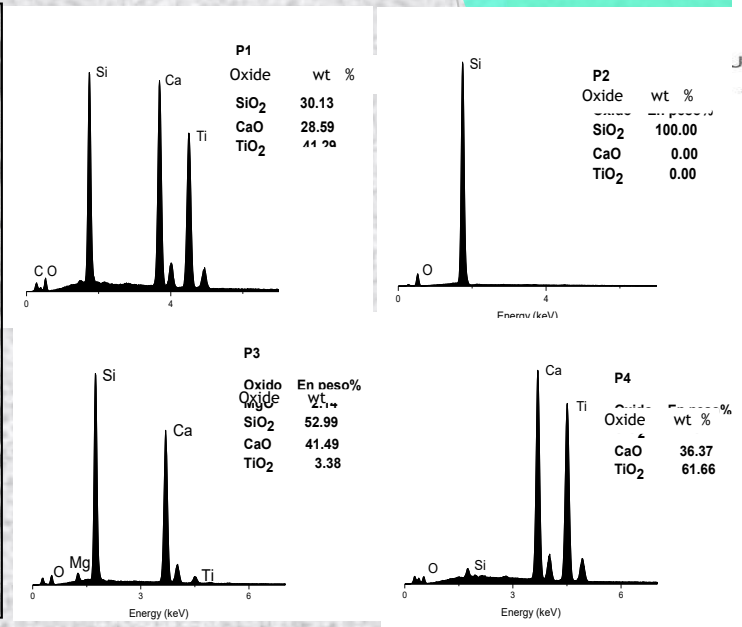
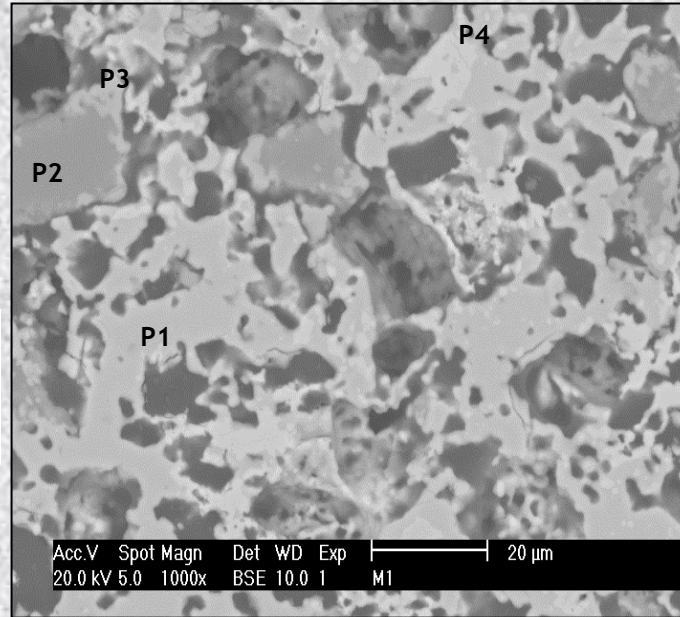
**Tabla. Valores antes y después de la refinación de la muestra  $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiSiO}_5$ , con  $x = 0.15$ , con el análisis semicuantitativo.**

Fase	Fórmula	Fracción en peso, grupo espacial, parámetros de red (a,b,c,α,β,γ) y volumen de la celda unitaria de acuerdo a ICSD (antes de la refinación)	Fracción en peso, grupo espacial, parámetros de red (a,b,c, α,β,γ) y volumen de la celda unitaria con el método de Rietveld (después de la refinación)
Titanita	$\text{CaTiSiO}_5$	96.10 %; $P2_1/a$ ; 7.067 Å , 8.726 Å, 6.568 Å, 90°, 113.77°, 90°; 370.67 Å <sup>3</sup>	97.03 %; $P2_1/a$ ; 7.065 Å, 8.733 Å, 6.572 Å, 90°, 113.9°, 90°; 371.03 Å <sup>3</sup>
Perovskita	$\text{CaTiO}_3$	3.00 %; Pbnm; 5.401 Å, 5.455 Å, 7.678 Å, 90°, 90°, 90°;	2.28 %; Pbnm; 5.412, 5.479, 7.768, 90°, 90°, 90°; 228.45 Å <sup>3</sup>
Cristobalita	$\text{SiO}_2$	0.09 %; $4_12_12$ ; 4.988 Å, 4.988 Å , 6.967 Å, 90 , 90°, 90°;	0.69 %; $4_12_12$ ; 4.982, 4.982, 6.951, 90°, 90°, 90°;
			<p><b>Factores</b></p> <p><math>R_p = 13.1</math></p> <p><math>wR_p = 16.2</math></p> <p><math>R_{\text{exp}} = 14.4</math></p> <p><math>\chi^2 = 1.27</math></p>

Sin dopaje

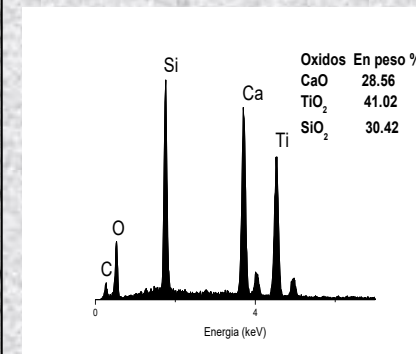
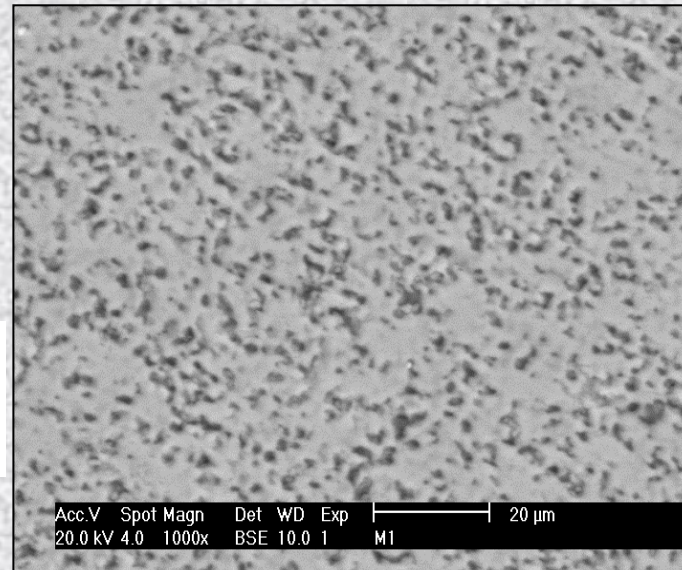
Sin molienda

Figura. Micrografía electrónica de barrido y espectros EDS de la muestra  $\text{CaTiSiO}_5$  sin dopaje y sin molienda



Con molienda

Figura. Micrografía electrónica de barrido y espectros EDS de la muestra  $\text{CaTiSiO}_5$  sin dopaje con molienda de 6 h.



# Análisis por UV-vis

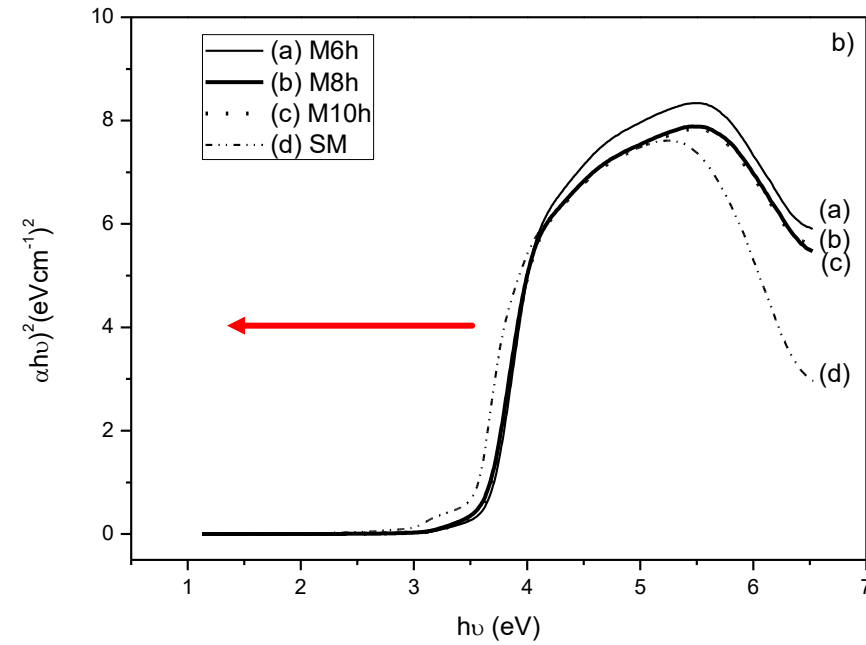
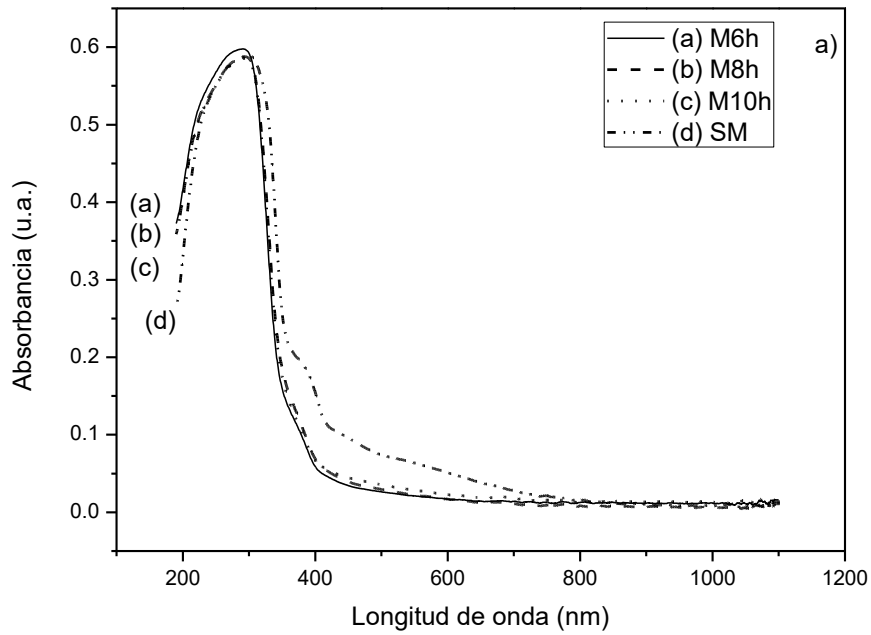


Figura. Espectros UV-vis de muestras  $\text{CaTiSiO}_5$  sin molienda y sometidas a molienda a 6, 8 y 10 horas (a) y Tauc plot (b).

## Dopaje con estroncio

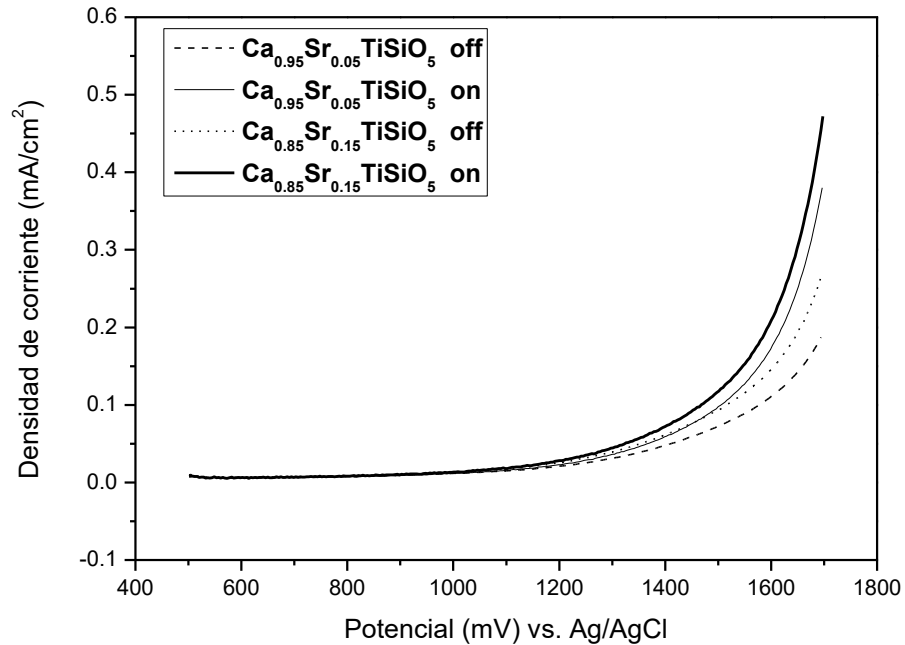


Tabla. Valores de densidad de corriente de las pruebas LSV de muestras dopadas con estroncio.

	Densidad de corriente (mA/cm <sup>2</sup> )		
	Off	On	Δ
$\text{Ca}_{0.95}\text{Sr}_{0.05}\text{TiSiO}_5$	0.187	0.380	0.193
$\text{Ca}_{0.85}\text{Sr}_{0.15}\text{TiSiO}_5$	0.265	0.472	0.207

Figura . Voltamogramas de barrido lineal (LSV) de  $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiSiO}_5$ ,  $x=0.05$  y  $0.15$  con velocidad de barrido de  $5 \text{ mV/s}$ , sin fuente de luz (off) y con fuente de luz (on) en su proceso de oxidación.

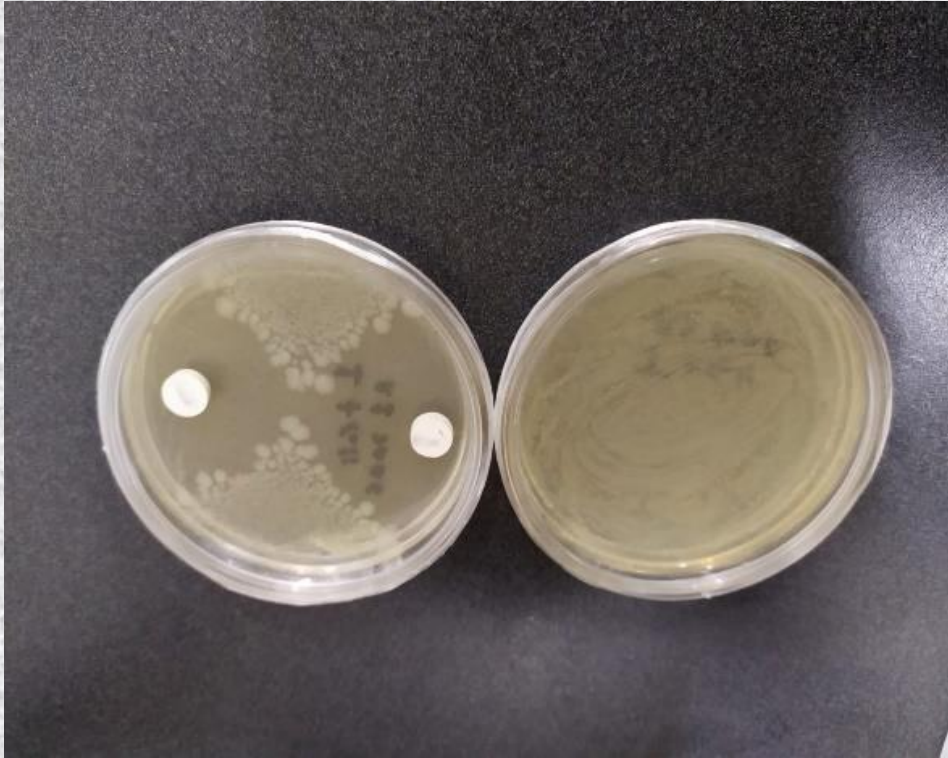


Figura. Imagen de la muestra  $\text{CaTiSiO}_5$  (izquierda) y testigo (derecha), en donde se aprecia un halo de inhibición en el agar nutritivo de la izquierda.

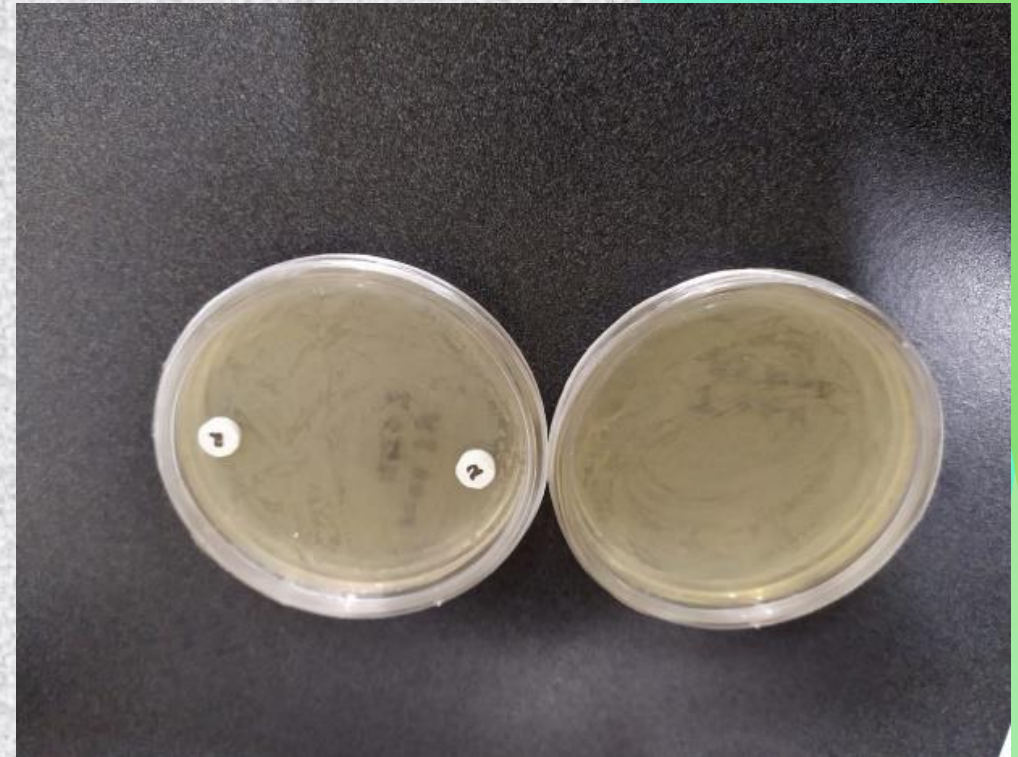


Figura. Imagen de la muestra  $\text{CaTi}_{0.9}\text{Nb}_{0.1}\text{SiO}_5$  (izquierda) y testigo (derecha), en donde no se formó un halo de inhibición en el agar nutritivo de la izquierda.

# CONCLUSIONES

- Mediante molienda mecánica de alta energía por atrición, se promovió la formación de una sola fase de la titanita en los tres tiempos (6, 8 y 10h) de molienda.
- En la evaluación fotoelectrocatalítica de las muestras preparadas por reacción en estado sólido, por medio de voltametría cíclica, se determinó actividad fotocatalítica al existir un cambio favorable en los procesos de evolución de oxígeno (oxidación).



**MARVID®**

© MARVID-Mexico

No part of this document covered by the Federal Copyright Law may be reproduced, transmitted or used in any form or medium, whether graphic, electronic or mechanical, including but not limited to the following: Citations in articles and comments Bibliographical, compilation of radio or electronic journalistic data. For the effects of articles 13, 162, 163 fraction I, 164 fraction I, 168, 169, 209 fraction III and other relative of the Federal Law of Copyright. Violations: Be forced to prosecute under Mexican copyright law. The use of general descriptive names, registered names, trademarks, in this publication do not imply, uniformly in the absence of a specific statement, that such names are exempt from the relevant protector in laws and regulations of Mexico and therefore free for General use of the international scientific community. BMARVID is part of the media of MARVID-Mexico., E: 94-443.F: 008- ([www.marvid.org/booklets](http://www.marvid.org/booklets))