



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE
HIDALGO**

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

**LICENCIATURA EN INGENIERIA DE INNOVACIÓN TECNOLÓGICA DE
MATERIALES**

TESIS DE LICENCIATURA
SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOMATERIALES DE $CsPbCl_3$ y Cs_4PbCl_6

PRESENTA
MARTHA GUADALUPE PONCE AGUILAR

DIRECTORA DE TESIS
DRA. TZARARA LOPEZ LUKE

MORELIA, MICHOACAN, DICIEMBRE 2022

AGRADECIMIENTOS

Agradezco al instituto de investigación en metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo en el departamento de cerámicos por permitirme hacer el desarrollo de mi tesis en particular usar sus laboratorios y los equipos que utilice para realizar mi proyecto de tesis para obtener el grado en Lic. en Ingeniería en Innovación tecnológica de materiales

Agradezco a la Dra. Tzarara López Luke por darme la oportunidad de realizar mi tesis con ella, así como apoyarme, tenerme paciencia y dedicarme su tiempo durante la realización de mi tesis.

Agradezco a Minerva Frutis Murillo por apoyarme durante una parte de esta etapa.

Agradezco a Anabel Herrera Rodríguez por estar pendiente de mis avances y darme su apoyo para la complementación de mi tesis.

Agradezco a Haggeo Desirena Enríquez del Centro de Investigaciones en óptica A.C por apoyarme al permitirme utilizar un equipo para complementar la caracterización de mi tesis.

Agradezco a No. Proyecto 2019 UC-MEXUS-CONACyT-2019 y CIC-UMSNH-2022

DEDICATORIA

A mi madre que siempre estuvo a mi lado, apoyando y alentándome.

A mi padre y hermanos que siempre estuvieron al pendiente de mí.

A mis mejores amigos Nam, Jin, Ho-Seok, Jimin, Tae, Jungkook y sobre todo a Yoongi que me enseñaron a creer en mí misma, sacando siempre lo mejor de mí, que a la distincioncita siempre están presentes todos mis días, gracias por todo su amor, apoyo y enseñanzas durante tanto tiempo, seguiré trabajando duro gracias a ustedes para cumplir todos mis sueños, gracias por sus palabras que siempre me inspiran y me hacen salir adelante en momentos difíciles “Confío en ti, el principio será humilde pero el futuro será prospero”.

A Dante Urbietta que siempre tuvo la paciencia y la atención con todas mis dudas y problemas, sin él no habría podido llegar hasta donde estoy. Espero seguir caminando de su mano mucho tiempo.

A mis amigos y compañeros de laboratorio Fabiola, Yunuen, Fernanda y Dustin que, aunque fue corto el tiempo que convivimos me mostraron su apoyo y me brindaron su amistad, gracias por estar siempre apoyándome y ayudándome a trabajar dentro del laboratorio.

A mis amigas y compañeras de generación Jazmín, Ana y Edna por todo el apoyo que nos dimos durante nuestra etapa universitaria, gracias por darme tantos buenos recuerdos y risas dentro del salón de clases espero poder contando con su amistad durante mucho años.

Índice

Capítulo 1	1
1.1 Introducción	1
1.2 Justificación	3
1.3 Objetivos.....	4
1.3.1 <i>Objetivo general</i>	4
1.3.2 <i>Objetivos específicos</i>	4
1.4 Hipótesis	4
Capítulo 2.	5
2.1 Revisión bibliográfica.....	5
2.1.1 <i>Nanotecnología y Nanomateriales</i>	5
2.1.2 <i>Nanohojas con estructura Perovskita CsPbCl₃ y Cs₄PbCl₆</i>	7
2.1.3 <i>Perovskita y clasificación</i>	8
2.1.4 <i>Método de inyección en caliente para nanomateriales con estructura perovskita</i>	10
2.1.5 <i>Luminiscencia</i>	11
2.2 Estado del arte.....	14
Capítulo 3.	17
3.1 Desarrollo experimental.....	17
3.1.1 <i>Síntesis de nanomateriales con estructura perovskita de CsPbCl₃ y Cs₄PbCl₆</i>	17
3.1.2 <i>Síntesis por inyección caliente de nanohojas de CsPbCl₃ y Cs₄PbCl₆</i>	18
3.2 Lavado de nanomateriales con estructura perovskita de CsPbCl ₃ y Cs ₄ PbCl ₆	21
3.3 Caracterización	21
3.3.1 <i>Difracción de rayos X</i>	22
3.3.2 <i>Microscopia electrónica de barrido</i>	23
3.3.3 <i>Ultravioleta-visible</i>	23
3.3.4 <i>Fotoluminiscencia</i>	24
Capítulo 4.	25
4.1 Resultado y discusión	25
4.1.1 <i>Resultados de Difracción de rayos x</i>	25
4.1.2 <i>Resultados de Microscopia Electrónica de Barrido</i>	28
4.1.3 <i>Resultados de la técnica de espectroscopía Uv-Vis</i>	36
4.1.4 <i>Resultados de Fotoluminiscencia</i>	37

Capítulo 5	42
5.1 Conclusiones	42
Referencias	43

Índice de figuras

Figura 2.1 Representación gráfica de la nanoescala.....	6
Figura 2. 2 Clasificación de los nanomateriales por sus dimensiones.....	7
Figura 2.3 Ilustración grafica de nanohojas con forma rectangular.	7
Figura 2.4 Estructura perovskita.....	8
Figura 2.5 Diferentes estructuras cristalinas para la perovskita.	9
Figura 2.6 Clasificación de la estructura perovskita por su composición	9
Figura 2.7 Diferentes morfologías que se obtiene durante las síntesis de inyección en caliente ..	11
Figura 2.8 Tipos de luminiscencia.....	12
Figura 2 9 Diagrama de Jablonski.	13
Figura 3.10 Diagrama general de la síntesis por inyección en caliente.....	18
Figura 3.11 Diagrama de la preparación de la solución A	19
Figura 3.12 Diagrama de la preparación de la solución B.....	19
Figura 3.13 Diagrama de los pasos de la inyección en la síntesis	20
Figura 3.14. Diagrama del lavado de muestras con etil acetato	21
Figura 4.15. Patrones de DRX para las muestras sintetizadas en 5 minutos de reacción;	26
Figura 4.16. Patrones de DRX para las muestras sintetizadas en 10 minutos de reacción;	27
Figura 4.17 Histograma de distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 5 min 150 °C...	29
Figura 4.18 Histograma de distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 5 min 170 °C...	30
Figura 4.19 Histograma de distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 5 min 200 °C...	31
Figura 4.20 Histograma de distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 10 min 150 °C.	32
Figura 4.21 Histograma de distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 10 min 170 °C.	33
Figura 4.22 Histogramas distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 10 min 200 °C....	34
Figura 4.23 Espectros de absorbancia de las muestras de 10 y 5 minutos.	36
Figura 4.24 Espectros de fotoluminiscencia de las muestras de 10 y 5 minutos.....	37
Figura 4.25 Fotos tomadas de las muestras lavadas, sin emitir y excitados.....	38

Índice de tablas

Tabla 2.1 Trabajos destacables reportados sobre nanomateriales con estructura perovskita.....	15
Tabla 3.2 Reactivos para solución A.....	17
Tabla 3.3 Reactivos para solución B.....	18
Tabla 3.4 Variación de la temperatura y el tiempo de reacción para la síntesis.....	20
Tabla 3.5. Técnicas de caracterización utilizadas.....	22
Tabla 4.6. Tabla de resultados de las muestras sintetizadas.....	39

Lista de abreviaturas

Nh: Nanohojas

Nm: Nanómetros

μm : Micrómetros

TOP: Trioctilfosfina

MEB: Microscopía Electrónica de Barrido

DRX: Difracción de Rayos X

Uv-Vis: Ultravioleta-Visible

AO: Ácido oleico

OLA: Oleilamina

ODE: Octadeceno

PbCl_2 : Cloruro de Plomo

PbBr_2 : Bromuro de Plomo

CsCO_3 : Carbonato de Cesio

Resumen

En este trabajo de tesis se presenta la síntesis y caracterización de nanomateriales 2D con forma de nanohojas de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 con estructura perovskita. Se sintetizaron por el método de inyección en caliente haciendo variaciones de temperatura y tiempos de reacción. Adicional al método se le agregó TOP que ayudó considerablemente el tiempo de disolución del precursor PbCl_3 . Se logró obtener las nanohojas con dimensiones de entre 100 nm a 1.2 μm de largo y ancho, con grosores entre 10 nm a 50 nm. Se encontró que la variación de los tamaños de la nanohoja se debió a la cantidad de ligandos (OA) y el espesor de las nanohojas se asocia al cambio de la temperatura de reacción de 150, 170, 200 °C. Además, las nanohojas que se sintetizaron a la temperatura más baja son las que tuvieron una mejor absorbancia y fotoluminiscencia.

Abstract

The present thesis work is presented the synthesis and characterization of 2D nanosheets shaped nanomaterials of CsPbCl_3 and Cs_4PbCl_6 with perovskite structure. They were synthesized by the hot injection method with variations in temperature and reaction times. In addition, TOP was added to the method, which considerably helped the dissolution time of the PbCl_3 precursor. Nanosheets were obtained with dimensions between 100 nm to 1.2 μm in length and width, with thicknesses between 10 nm to 50 nm. It was found that the variation of nanosheet sizes was due to the amount of ligands (OA) and the thickness of nanosheets is associated with the change of reaction temperature from 150, 170, 200 °C. In addition, the nanosheets that were synthesized at the lowest temperature are the ones that had the best absorbance and photoluminescence.

Palabras clave

Nanohojas, 2D, perovskita, inyección en caliente, fotoluminiscencia.

Capítulo 1

1.1 Introducción

La nanociencia está definida como el estudio de fenómenos y la manipulación de materiales a escalas atómicas, moleculares y macromoleculares donde las propiedades de dichos materiales, difieren significativamente de las que tienen a nivel macroscópico. Así mismo, se definió como nanotecnología al diseño, caracterización, producción y aplicación de estructuras, dispositivos y sistemas, controlando su forma y tamaño a escala nanométrica [1]. El término nanomaterial se aplica a una amplia variedad de materiales y propiedades muy diferentes, pero con la característica común de que al menos una dimensión externa de todas o parte de las partículas que los constituyen sea inferior a 100 nanómetros [2].

Dependiendo del número de dimensiones macroscópicas, los sistemas reciben denominaciones. Un sistema cuyas tres dimensiones son macroscópicas se denomina material en bulto (3D), un material con solo dos, se denomina (2D) mientras que, si únicamente posee una dimensión macroscópica, reciben el nombre de hilo cuántico (1D), un material conformado por tres dimensiones las cuales no es macroscópicas por lo que presenta estados cuantizados de energía y su tamaño es menor a una centena de nanómetros, se denomina (0D) [3].

Los nanomateriales semiconductores bidimensionales (2D) están siendo muy estudiados debido a su gran potencial para construir diversos dispositivos electrónicos y optoelectrónicos [4]. Entre los materiales con geometría 2D estos son destacables por sus excepcionales propiedades eléctricas, ópticas y mecánicas. Entre estos materiales se pueden encontrar las nanohojas (Nh) [5].

Los nanomateriales semiconductores de interés en esta tesis fueron los materiales de CsPbCl_3 y Cs_4Pb_6 con estructura perovskita (ABX_3 y A_4BX_6) donde generalmente A es un catión ocupado por (Cs, FA, MA principalmente), B es ocupado por un catión como (metales Pb, Sn) y un anión denominado X ocupado por un halógeno ($\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$ y I). Una de las principales ventajas de esta clase de materiales consiste en la flexibilidad para la incorporación de diferentes cationes en las posiciones A y B de la estructura, con las que se pueden obtener materiales altamente fotoluminiscentes y con rendimiento cuántico alto principalmente [6].

Para la síntesis de nanomateriales con estructura perovskita resaltan varios métodos entre los cuales se encuentran, los métodos de precipitación, asistida por ligandos e inyección en caliente,

que se han convertido en las principales rutas de síntesis en general para los nanocristales de perovskita de alta calidad [7]. Métodos adaptados de forma diferente ha requerido el ajuste fino de las condiciones de reacción en cuanto a la estructura del ligando, la temperatura y el tiempo de reacción [8]. Para sintetizar los nanomateriales con estructura perovskita se siguió el método de inyección en caliente. Este método aprovecha la naturaleza iónica de los enlaces químicos entre los compuestos Cs, Pb y Cl [9].

1.2 Justificación

El interés de los nanomateriales 2D con estructura perovskita ha ido en aumento [10]. En comparación con los nanomateriales de perovskita 0-D y 1-D, las nanohojas tiene propiedades distintas, como espectros de absorción [11] y emisión estrechos, excelentes propiedades de transporte de carga [12] y longitudes grandes que pueden integrarse fácilmente en dispositivos ópticos o electrónicos [13].

Se siguen realizando grandes avances en la síntesis de nanomateriales de estructura perovskita de alta calidad con morfologías y composición bien definida. Los nanomateriales de estructura perovskitas basadas en haluros de plomo se consideran candidatas favorables para futuros dispositivos debido a su mayor estabilidad térmica [14] y a la humedad, además de sus excelentes propiedades optoelectrónicas y optoeléctricas [15].

Un método de síntesis óptimo para obtener los nanomateriales es el método de inyección en caliente, cuyo enfoque se basa en la inyección rápida de una solución precursora en una solución que contiene los otros precursores, ligandos y solventes, a temperatura elevada. Este método permite la separación de la nucleación y el crecimiento de los nanocristales para que pueda generar nanocristales de alta calidad, además, no involucra el uso de ningún solvente polar que podría ser potencialmente perjudicial para las perovskitas [16].

Los parámetros de tiempo y temperatura de reacción en la síntesis de nanomateriales por el método de inyección en caliente, permiten obtener diferentes tamaños laterales y espesores de nanomateriales 2D que impacta en sus propiedades del transporte electrónico. Además, se ha demostrado una fotoluminiscencia más alta de estos materiales respecto a los sintetizados por otros métodos [17].

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo general

Sintetizar y caracterizar nanomateriales de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 con estructura perovskita obtenidos mediante el método de inyección en caliente.

1.3.2 Objetivos específicos

- Sintetizar nanomateriales de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 con estructura perovskita, mediante el método de inyección en caliente modificando tiempo y temperatura de reacción.
- Caracterizar nanomateriales de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 , mediante difracción de rayos x (DRX), técnica de Ultravioleta-Visible (UV-Vis), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y fluorescencia.

1.4 Hipótesis

La modificación del tiempo y temperatura de reacción en el método de inyección en caliente permitirá obtener nanomateriales con diferentes morfologías de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 y con diferentes tamaños que impactarán en sus propiedades ópticas.

Capítulo 2.

2.1 Revisión bibliográfica

En este capítulo se explica los conceptos de nanociencia, nanotecnología y nanomateriales, se habla sobre la clasificación de los nanomateriales, las propiedades y aplicaciones de las nanohojas de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 con estructuras perovskitas sus propiedades y aplicaciones. Se explica la estructura de la perovskita, la clasificación de las perovskitas, se describe el método de inyección en caliente y explica el concepto de fotoluminiscencia, como se genera la luminiscencia y los tipos de luminiscencia.

En el estado del arte se habla sobre los trabajos sobre nanomateriales con estructura perovskita de $\text{CsPb}(\text{Br}/\text{Cl})_3$, CsPbBr_3 y CsPbCl_3 que ayudaron en la investigación y realización de este trabajo, en una tabla se coloca la composición del nanomaterial, método de síntesis, tamaño, pico de emisión y los puntos destacados que sirvieron de apoyo para este trabajo.

2.1.1 Nanotecnología y Nanomateriales

En 1960 el premio Nobel de Física Richard Feynman propuso manipular los átomos individualmente para poder construir pequeñas estructuras que tuvieran mayores propiedades [18]. La nanociencia está definida como el estudio de fenómenos y la manipulación de materiales con tamaños inferiores a los 100 nm, cuyas propiedades difieren significativamente de sus contrapartes a nivel microscópico (ver Figura 2.1). La nanotecnología se define como el diseño, caracterización, producción y aplicación de estructuras, dispositivos y sistemas controlando la forma y tamaño a escala nanométrica [19]. Los nanomateriales son materiales que contienen partículas con una o más dimensiones en la nanoescala, es decir, desde aproximadamente 1 nm a 100 nm. El nanómetro (nm) equivale a una milmillonésima parte de un metro ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$) [18].

Los nanomateriales deben cumplir tres condiciones que el tamaño este en 1 y 100 nm por lo menos en una dimensión (0D, 1D, 2D) ya que las propiedades de los materiales cambian en este rango para que exista un control y entendimiento de lo que se está fabricando [20].

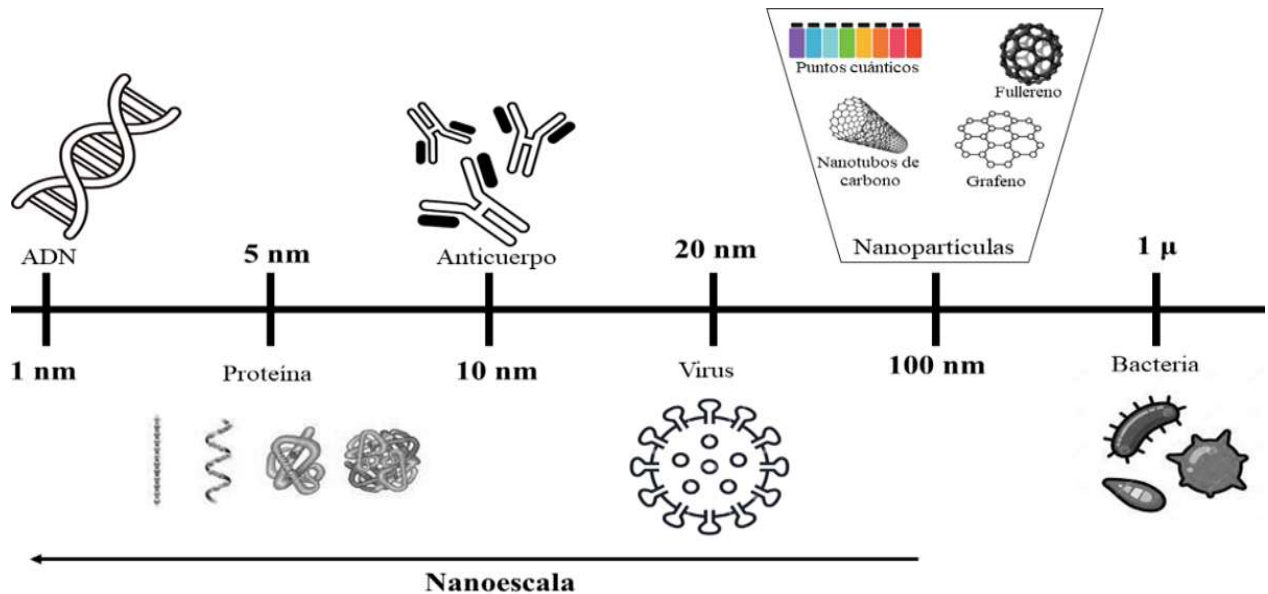


Figura 2.1 Representación gráfica de la nanoescala (Modificado de [21]).

Las características de los nanomateriales de acuerdo a su número de dimensiones que entran en la escala nanométrica son los siguientes (ver Figura 2.2) [22] :

0D: Son aquellos nanomateriales en los que sus tres dimensiones se encuentran dentro de la nanoescala. Son puntos finitos de materia dentro de la nanoescala. Por ejemplo: fullerenos y puntos cuánticos.

1D: En este tipo de nanomateriales, dos de sus dimensiones se encuentran en la nanoescala y una de ellas no (longitud). Entre ellos se encuentran los nanotubos de carbono y las nanofibras.

2D: Este tipo de estructura presentan únicamente una dimensión dentro de la nanoescala (espesor) y las otras dos dimensiones no. Ejemplos de estas nanoestructuras son el grafeno y las nanohojas.

3D: Este tipo de estructura ninguna las dimensiones se encuentran dentro de la nanoescala, pero presentan en su composición otros materiales de 0D, 1D o 2D. La figura 2.2 muestra representación esquemática de la clasificación mencionada anteriormente [22].

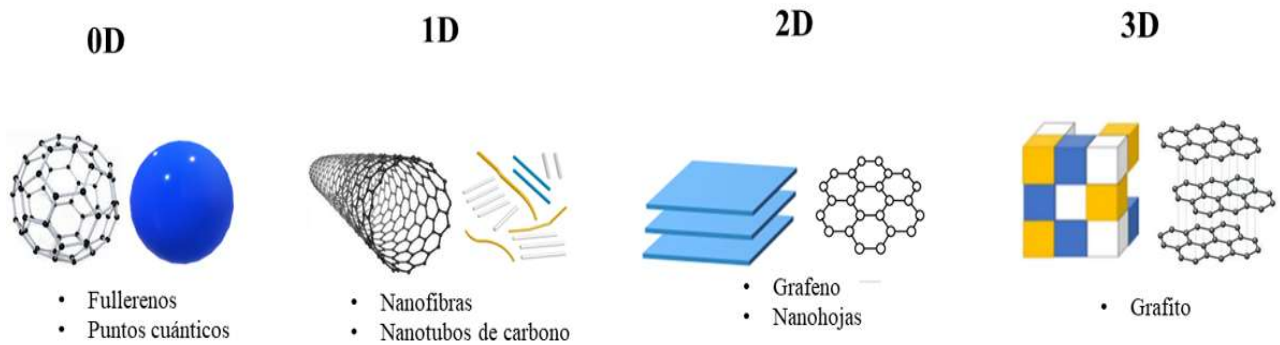


Figura 2. 2 Clasificación de los nanomateriales por sus dimensiones [22].

2.1.2 Nanohojas con estructura Perovskita $CsPbCl_3$ y Cs_4PbCl_6

Las nanohojas de estructura perovskita poseen dimensiones laterales superiores a los 100 nm, independientemente de la composición. También se pueden obtener nanohojas más grandes con tamaños laterales en la escala del micrómetro, esto se puede lograr controlando las condiciones de reacción. A pesar de sus grandes tamaños laterales, las nanohojas de perovskita son altamente luminiscentes tanto en estado coloidal como seco. Ajustando la composición de haluros, la longitud de onda de emisión de las nanohojas de perovskita puede ajustarse eficazmente en una amplia región (380-600 nm) manteniendo anchos de línea de emisión estrechos. La figura 2.3 muestra una ilustración gráfica de nanohojas con forma rectangular [23].



Figura 2.3 Ilustración gráfica de nanohojas con forma rectangular (Modificado de [24]).

Las excelentes propiedades de absorción y fotoluminiscencia combinadas con las grandes dimensiones laterales hacen que las nanohojas de perovskita sean altamente luminiscentes en estado coloidal. Estos materiales presentan propiedades ópticas superiores que se originan en su geometría 2D única, incluyendo una pureza de color extrema, un alto rendimiento cuántico de fotoluminiscencia y un tiempo de vida mayor [25].

El crecimiento de las nanohojas de estructura perovskita permite ajustar los anchos de bandas y colores de emisión, desde el azul profundo hasta el verde y rojo. Estudios reportan el decaimiento de fotoluminiscencia en función del tiempo las cuales mostraron que el tiempo de vida de las nanohojas 2D de CsPbX_3 están en el rango de los 2-20 ns, siendo comparable con otros nanocristales [25]. Las grandes dimensiones laterales de las nanohojas de perovskita 2D son excelentes para explorar posibles aplicaciones en dispositivos optoelectrónicos [26].

2.1.3 Perovskita y clasificación

En 1839, Gustav Rose descubrió el mineral compuesto por Titania y calcio “Titanato de calcio” (CaTiO_3) denominándolo perovskita en honor al mineralogista L. A. Perovski (1792-1856). Este material presenta una estructura cristalina propia, formada por dos cationes de distinta composición y tamaño, denominados de forma general A y B, junto con un anión denominado X como se muestra en la Figura 2.4 [27]. La presencia de enlaces iónicos (ABX_3) en diversas composiciones ha tenido como consecuencia la generalización del nombre perovskita a cualquier material o familia de materiales que comparten esta estructura cristalina [28].

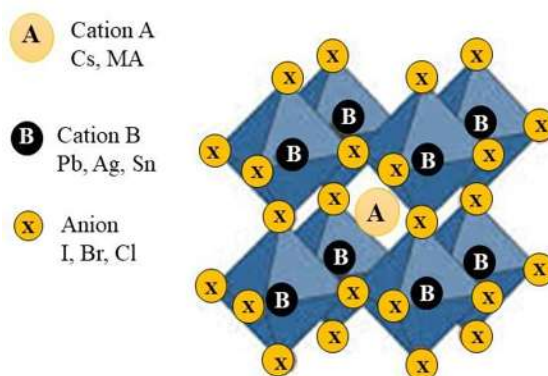


Figura 2.4 Estructura perovskita (Modificado de [29]).

La red cubica es la estructura cristalina ideal de la perovskita, donde A se sitúa al centro, B en el centro de los octaedros y el halógeno en cada una de las caras de la celda unitaria. Debido a la modificación y variación de los cationes, la perovskita puede llegar a presentar redes cristalinas ortorrómbicas, romboédricas, triclinicas, monoclinicas y tetragonales (Figura 2.5) [30]. Una de las formas más utilizadas para determinar la estabilidad de la estructura, es el uso del factor de tolerancia de Goldschmidt que, en el año 1926 V.M. Goldschmidt creó un modelo para evaluar la

estabilidad de las perovskitas que emplea los valores de radio iónico de los elementos que pueden hacer parte del sistema para conocer si el material será estructural y con composición estable, estos valores están entre 0.75 y 1.2 [31].

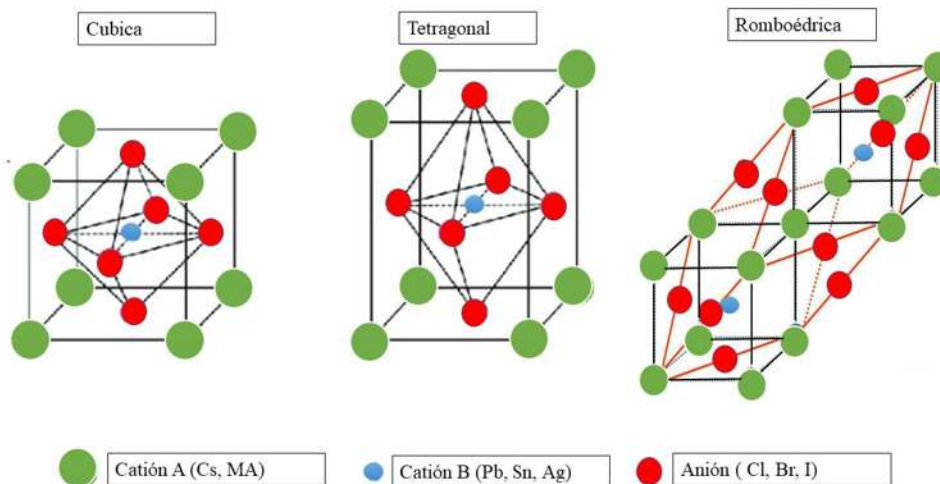


Figura 2.5 Diferentes estructuras cristalinas para la perovskita. [32]

Los materiales de perovskita se pueden clasificar en dos principales basados en la estructura cristalina de ABX_3 , perovskitas de óxidos inorgánicos y de haluros, como se muestra en la Figura 2.6 [28].

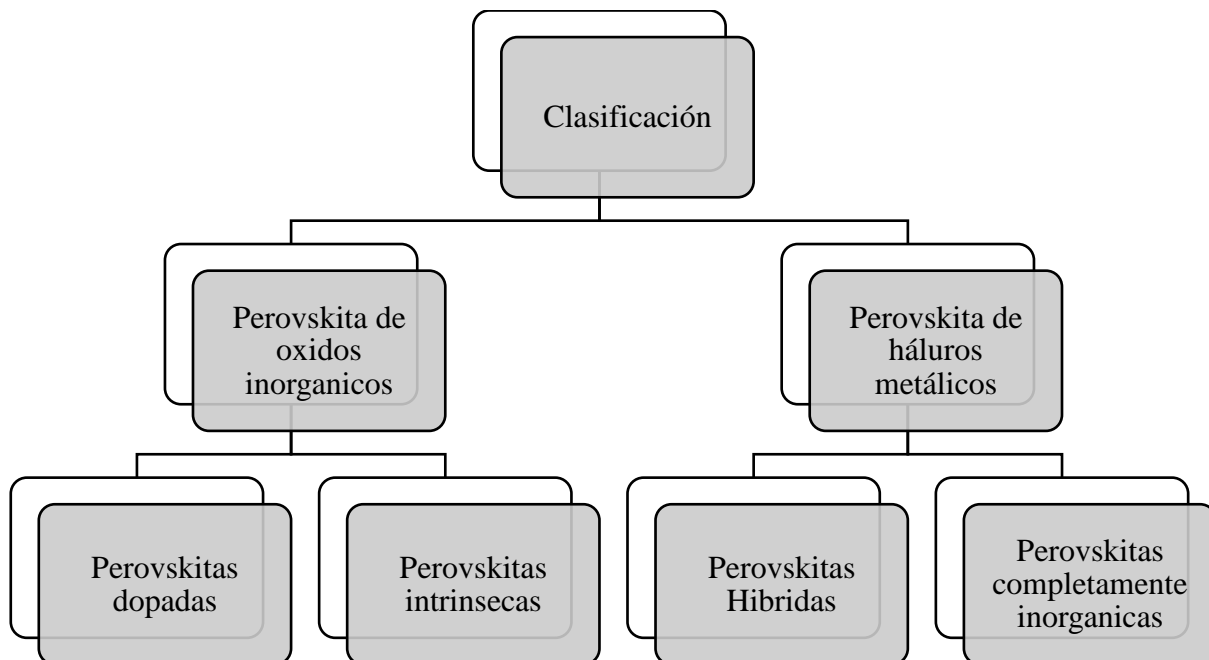


Figura 2.6 Clasificación de la estructura perovskita por su composición [26].

Entre estos tipos de perovskita se encuentran las perovskitas de haluro metálico, donde en la posición “X” se sitúa un halógeno (Cl-, Br ó I-), en la posición B un catión (Pb, Sn, etc.) y en la posición A un catión con carácter inorgánico (Cs, etc.) u orgánico (metilamonio, formammidinio, etcétera). En este último caso se les conoce como perovskitas híbridas de haluro metálico. Además, la diversidad química permite ajustar y modular sus propiedades físicas con métodos de síntesis sencillos y factibles [33].

Las perovskitas debido a sus excelentes propiedades ópticas y viabilidades económicas y su incremento de eficiencia son muy buenas candidatas para ser utilizadas en células solares ya que ayudan a la eficiencia de fotoconversión, las características de transporte, la morfología y la estabilidad [34].

2.1.4 Método de inyección en caliente para nanomateriales con estructura perovskita

El método de inyección en caliente se prepara generalmente utilizando un agente de cobertura adecuado (surfactante) como trioctilfosfina (TOP), ácido oleico (OA), etc. Los agentes ayudan a adaptar las características estructurales, morfológicas y ópticas de los nanomateriales de estructura perovskita. El tamaño y el crecimiento se controlan a través de la concentración del agente precursor en la solución, la temperatura de reacción y el tiempo de reacción [35]. Adicionalmente, cuando se utiliza oleilamina con ácido oleico a temperaturas 90-200 °C [36], el crecimiento tiende a un comportamiento anisotrópico, lo que provoca la síntesis de estructuras de nanomateriales 2D de los cuales el grosor es dependiente de la longitud de la cadena de la amina utilizada [37].

La síntesis de inyección en caliente permite la separación de la nucleación y el crecimiento de los nanocristales para que pueda generar nanocristales de alta calidad. Además, no involucra ningún solvente polar que podría ser potencialmente perjudicial para las perovskitas coloidales [16]. La figura 2.7 muestra diferentes morfologías que se han obtenido por el método de inyección en caliente, entre las cuales destacan las nanohojas.

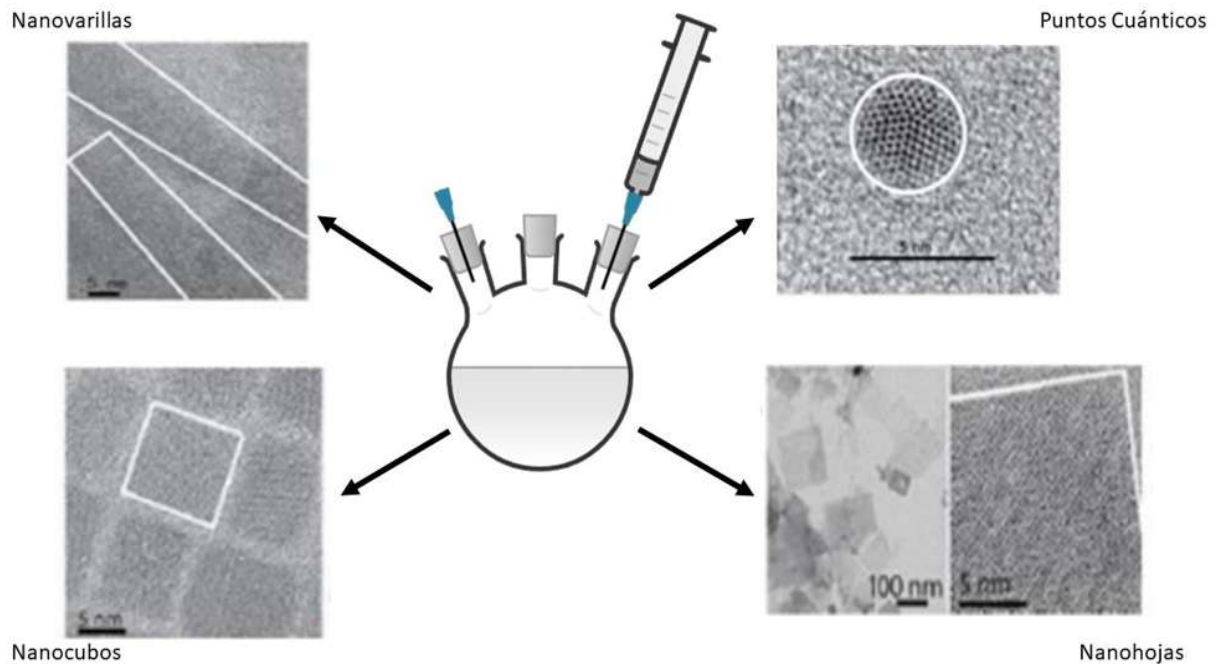


Figura 2.7 Diferentes morfologías que se obtiene durante las síntesis de inyección en caliente [27].

El protocolo que se generalizó para sintetizar nanomateriales de estructura perovskita de CsPbX_3 fue desarrollado modificando las condiciones de reacción adoptadas inicialmente por Kovalenko & Col. para fabricar nanomateriales con estructura perovskita de CsPbX_3 [26].

2.1.5 Luminiscencia

La luminiscencia se define como la emisión de luz por un material apropiado el cual ha absorbido energía de una fuente (UV, IR, rayos-X, un haz de electrones, reacciones químicas, etc.). Dicha energía absorbida lleva a los átomos del material a un estado excitado y entonces, debido a que los estados excitados son inestables, el material experimenta otra transición, regresando a su estado base, y la energía absorbida en un principio ahora es liberada en la forma de luz. Se conocen dos tipos de luminiscencia que depende de la duración de la misma; por un lado, la luminiscencia de corta duración se denomina fluorescencia, por otro lado, la luminiscencia que permanece después de haberse suspendido la fuente de excitación se denomina fosforescencia. Sin embargo, no todos las moléculas poseen esta propiedad, para ellos es necesario que posean enlaces conjugados, es

decir simples y dobles alternados, volviéndolas fotoexcitables. Las moléculas con enlaces dobles conjugados reciben el nombre de cromóforos [38].

Este tipo de luz tiene la característica de no producir calor, y se puede observar en diferentes tonalidades de color de acuerdo con la longitud de onda que se esté excitando y a la que la molécula emita. Es importante tener presente que en una molécula o material existen diversas fuentes para propiciar la emisión de luz (ver Figura 2.8), como ejemplo, es posible utilizar un campo eléctrico (electroluminiscencia), cuando se utilizan fotones (fotoluminiscencia), y cuando se activa por medio de la emisión (termoluminiscencia) [38].

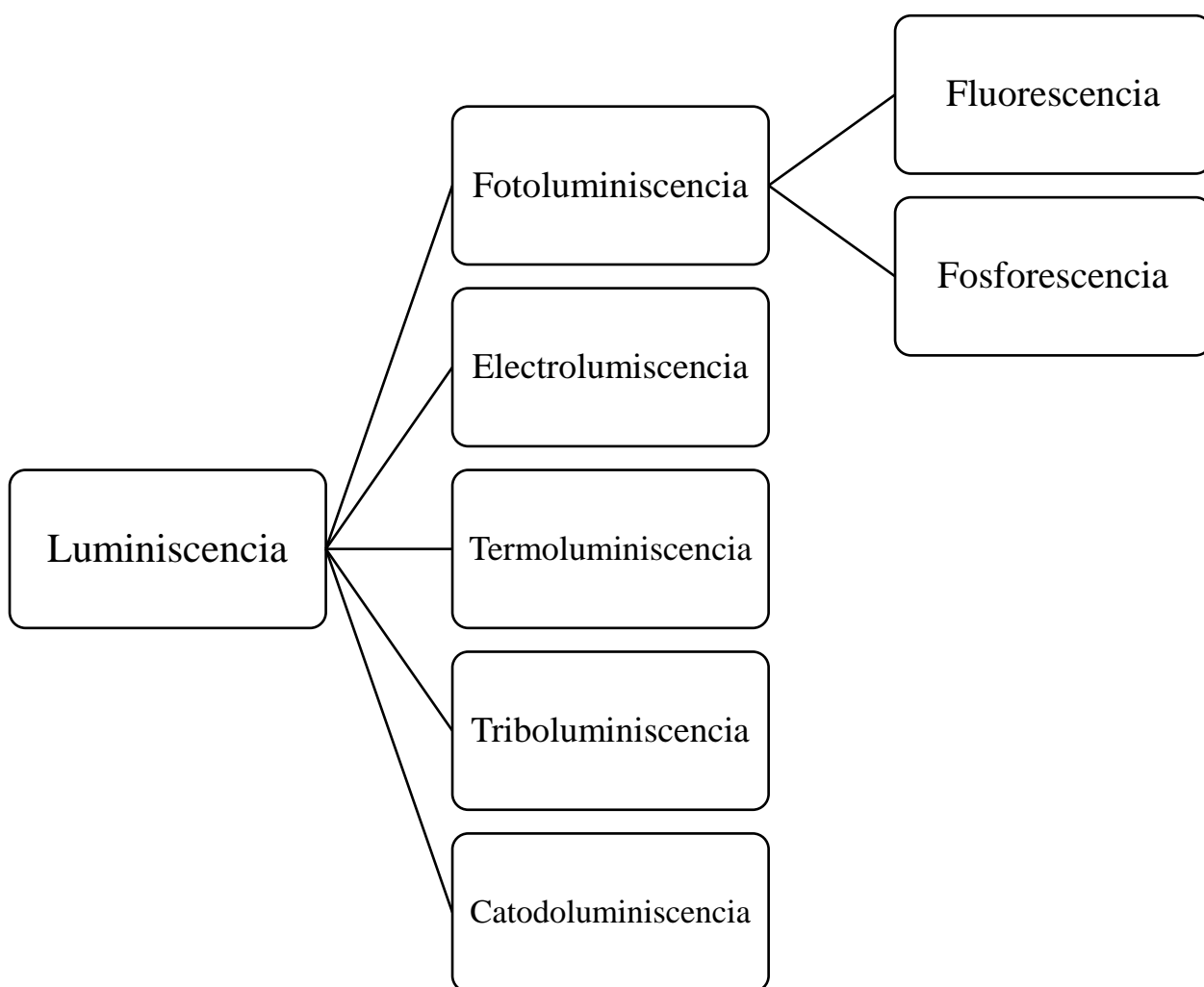


Figura 2.8 Tipos de luminiscencia [34].

En el proceso de la luminiscencia existen 3 etapas importantes que se puede explicar en el diagrama de Jablonski (ver Figura 2.9), la primera etapa la molécula es excitada por una fuente externa y esta absorbe la energía, llevando a un estado excitado (de mayor energía). En la segunda etapa; la moléculas se encuentra en un estado excitado, el cual dura poco tiempo debido a que estas tienden a volverse estados de relajación, ocasionando que la energía absorbida se disipe parcialmente (fluorescencia). Finalmente, durante la última etapa la energía del fotón previamente absorbido es emitida después de un cruce entre sistemas (fosforescencia) [38].

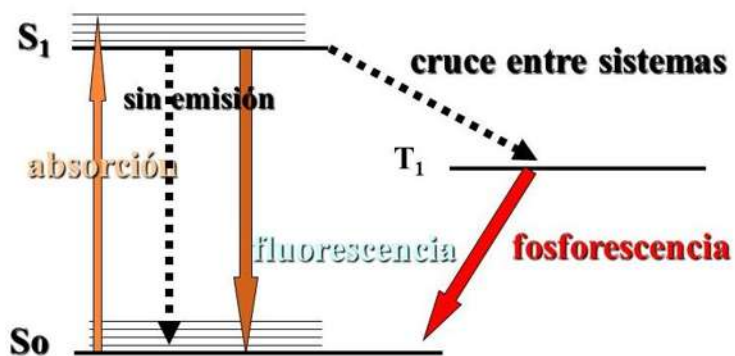


Figura 2 9 Diagrama de Jablonski [34].

2.2 Estado del arte

En la actualidad existen varios artículos relacionados a nanomateriales de $\text{CsPb}(\text{Br}/\text{Cl})_3$, CsPbBr_3 y CsPbCl_3 . Esta investigación se basó principalmente en trabajos reportados sobre síntesis de nanomateriales de perovskita de $\text{CsPb}(\text{Br}/\text{Cl})_3$, nanohojas con estructura perovskita de CsPbBr_3 y nanohojas de estructura perovskita de CsPbCl_3 , ya que en estos se explica más a detalle sobre la formación y el crecimiento de las nanohojas.

Recientemente son pocos los trabajos reportados sobre nanocristales con morfología de nanohojas puros de CsPbCl_3 , actualmente no está completamente estudiado la formación de las nanohojas, ni del crecimiento lateral y del grosor. Otros trabajos se enfocan en aumentar la fotoluminiscencia, rendimiento cuántico y pureza de color de las nanohojas.

En las tablas 2.1 a 2.3 muestra los trabajos relacionados con la investigación que se llevó a cabo en este trabajo, destacando los puntos importantes que ayudaron a la investigación de este trabajo, como la composición del nanomaterial, el método de síntesis, pico de emisión, tamaño del nanomaterial y puntos destacados que contribuyen a la investigación.

Tabla 2.1 Trabajos destacables reportados sobre nanomateriales con estructura perovskita de $\text{CsPb}(\text{Br}/\text{Cl})_3$.

Composición de perovskita	Método de síntesis	Pico de emisión (nm)	Tamaño (nm)	Puntos destacados	Referencia
$\text{CsPb}(\text{Br}/\text{Cl})_3$	Inyección en caliente	455	7.5	El método es fácil, eficaz y de bajo coste para obtener nanomateriales de perovskita altamente eficientes con emisión azul intenso.	[39] (Zhang y col, 2022)
$\text{CsPb}(\text{Br}/\text{Cl})_3$	Inyección en caliente	460	15.7	La combinación de Br y Cl ayuda a dar estabilidad a la estructura perovskita y mejora la emisión.	[40] (Zhang y col, 2021)
$\text{CsPb}(\text{Br}/\text{Cl})_3$	Inyección en caliente	450	23	La gran aglomeración y la falta de uniformidad pueden atribuirse al efecto pobre que tiene el OA a alta temperatura	[41] (Pan y col, 2017)

Tabla 2.2 Trabajos destacables reportados sobre nanomateriales con estructura perovskita CsPbBr₃.

Composición Nh de perovskita	Método de síntesis	Pico de emisión (nm)	Espesor (nm)	Longitud (nm)	Puntos destacados	Referencia
CsPbBr ₃	Inyección en caliente	458	2.7-5	120-1300	Los ligandos son muy importantes en la formación y crecimiento de las nanohojas. La temperatura y el tiempo de reacción afectan al grosor.	[42] (Javad y col, 2017)
CsPbBr ₃	Inyección en caliente	520	≈10-25	700	A bajas temperaturas se logra ampliar la banda de emisión y un pico de emisión más estrecho.	[43] (Lao y col, 2018)
CsPbBr ₃	Inyección en caliente	503	12	95	La morfología a nanohoja se obtiene por el proceso de maduración de Ostwald.	[44] (Esparza y col, 2019)

Tabla 2.3 Trabajos destacables reportados sobre nanomateriales con estructura perovskita CsPbCl₃.

Composición Nh de perovskita	Método de síntesis	Pico de emisión (nm)	Espesor (nm)	Longitud (nm)	Puntos destacados	Referencia
CsPbCl ₃	Inyección en caliente	425	3-11	100	Al Agregar TOP ayuda a disolver el precursor.	[45] (Fan Sui y col, 2020)
CsPbCl ₃	Inyección en caliente	384	3-10	170-1000	Longitudes a más de 100 nm que no dependen de la composición de las Nh. Se pueden obtener tamaños mayores 1µm controlando las condiciones de reacción.	[46] (Longfei y col, 2020)
CsPbCl ₃	Inyección en caliente.	418	40-50	1000-5000	La ruta de síntesis facilita obtener una morfología 2D, una alta cristalinidad y gran tamaño lateral para un mejor rendimiento, que da un alto potencial al material para aplicaciones de fotodetección.	[47] (Han y col, 2019)

Capítulo 3.

3.1 Desarrollo experimental

En este capítulo se explica el proceso que se llevó a cabo para realizar la síntesis de nanomateriales con forma de nanohojas con estructura perovskita de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 por método de inyección en caliente, se muestran la tabla de los reactivos, diagramas de síntesis. Se explica cómo se llevó a cabo el lavado de las muestras.

Además, de se explican brevemente las técnicas de caracterización difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido, Uv-Vis y fotoluminiscencia y como se preparan las muestras para realizar la caracterización de las muestras.

3.1.1 Síntesis de nanomateriales con estructura perovskita de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6

El método de síntesis de inyección en caliente de nanohojas de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 se basa en el uso de dos soluciones diferentes, denominadas como A y B. Los reactivos utilizados en cada una de ellas se muestran en la tabla 3.4 y tabla 3.5, respectivamente.

Tabla 3.4 Reactivos para solución A

Reactivo	Formula química	Marca	# Lote
Carbonato de cesio	CsCO_3	SIGMA ALDRICH	BCCC4702
Octadeceno	$\text{C}_{18}\text{H}_{36}$	SIGMA ALDRICH	SHBK4349
Ácido oleico	$\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$	SIGMA ALDRICH	MKCF0982

Tabla 3.5 Reactivos para solución B

Reactivo	Fórmula química	Marca	# Lote
Bromuro de plomo	PbBr ₂	SIGMA ALDRICH	MKCL2253
Cloruro de plomo	PbCl ₂	SIGMA ALDRICH	–
Ácido oleico	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	SIGMA ALDRICH	MKCF0982
Oleilamina	C ₁₈ H ₃₇ N	SIGMA ALDRICH	–
Octadeceno	C ₁₈ H ₃₆	SIGMA ALDRICH	SHBK4349
Trioctilfosfina	TOP	SIGMA ALDRICH	–

3.1.2 Síntesis por inyección caliente de nanohojas de CsPbCl₃ y Cs₄PbCl₆

Para sintetizar nanomateriales con estructura perovskita de CsPbCl₃ y Cs₄PbCl₆ se siguió el método de inyección en caliente tradicional se preparó una solución A y una solución B (se realizó primero la solución B, ya que tarda más en disolverse). Posteriormente, se realizó la inyección y se dejaron reposar 24 horas en refrigeración como se muestra en el la Figura 3.10 donde muestra el diagrama general de la síntesis.

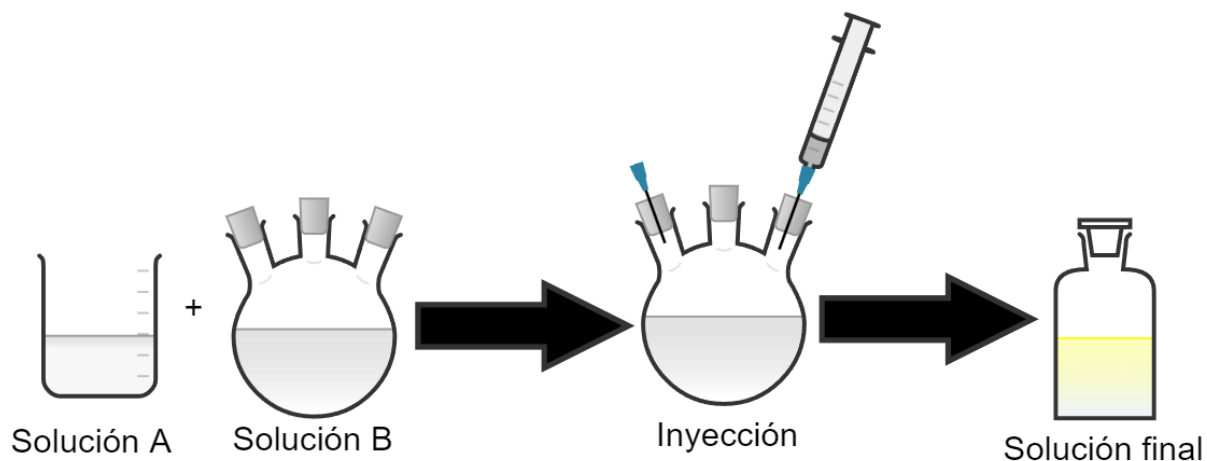


Figura 3.10 Diagrama general de la síntesis por inyección en caliente.

Preparación de solución A

En atmosfera de (N_2) se pesaron 0.001 mol de $CsCO_3$ y se colocó en un vaso de precipitado pequeño con un agitador magnético pequeño posteriormente se agregaron 5 ml de Octadeceno, 2.5 ml de ácido oleico. Se colocó la solución en una parrilla a $120\text{ }^\circ\text{C}$ con agitación (600 rpm) hasta lograr disolver por completo los precursores (ver Figura 3.11).

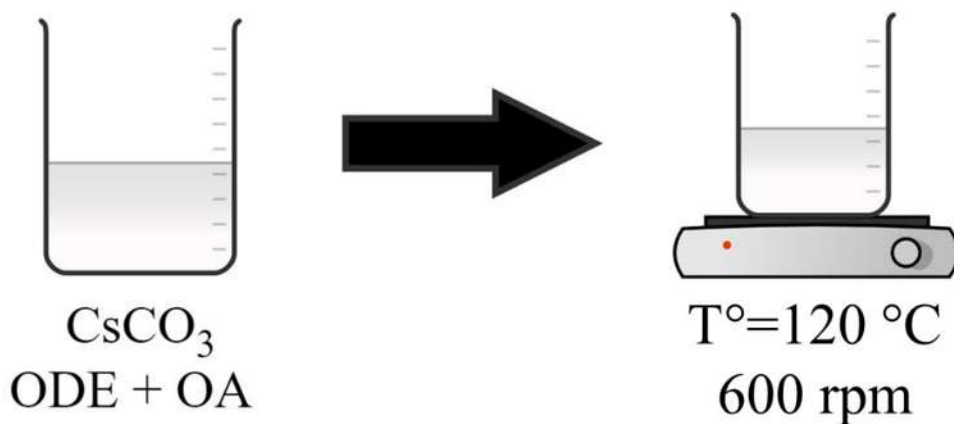


Figura 3.11 Diagrama de la preparación de la solución A

Preparación de Solución B

En atmosfera de inerte (N_2) se pesaron 0.0003 mol de $PbCl_2$, 0.0001 mol de $PbBr_2$ y se colocaron en un matraz de 3 bocas con un agitador magnético. Posteriormente se agregaron 2 ml de TOP, 1 ml Oleilamina, 1 ml de ácido oleico y 5 ml de Octadeceno, se llevó a un baño de aceite a $120\text{ }^\circ\text{C}$ con purga de nitrógeno y agitación (600 rpm) hasta disolver completamente los precursores (ver Figura 3.12).

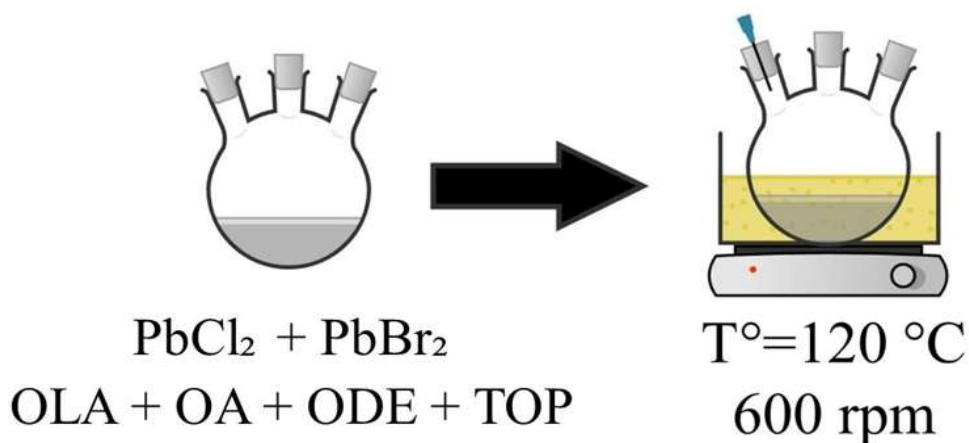


Figura 3.12 Diagrama de la preparación de la solución B

Inyección de la solución A en la solución B

Una vez disueltas la solución A se subió la temperatura a 150 °C. Mientras que, la solución B se subió la temperatura (150, 170 y 200 °C). Al estar ambas soluciones a la temperatura deseada se realizó la inyección. Se tomaron 8 ml de la solución A que se inyectan en el matraz de la solución B con purga de nitrógeno y se dejó reaccionar. Un cambio de coloración fue indicativo de que se llevó a cabo la reacción (amarillento a blanco lechoso). Posteriormente el matraz se puso en un baño de hielo durante 5 minutos (ver Figura 3.13). La solución final se pasó a un vial de vidrio rotulado y se guardó en refrigeración para evitar la degradación del material. La tabla 3.6 muestra la modificación de los parámetros de reacción (temperatura y tiempo de reacción) que se realizaron en este trabajo de investigación.

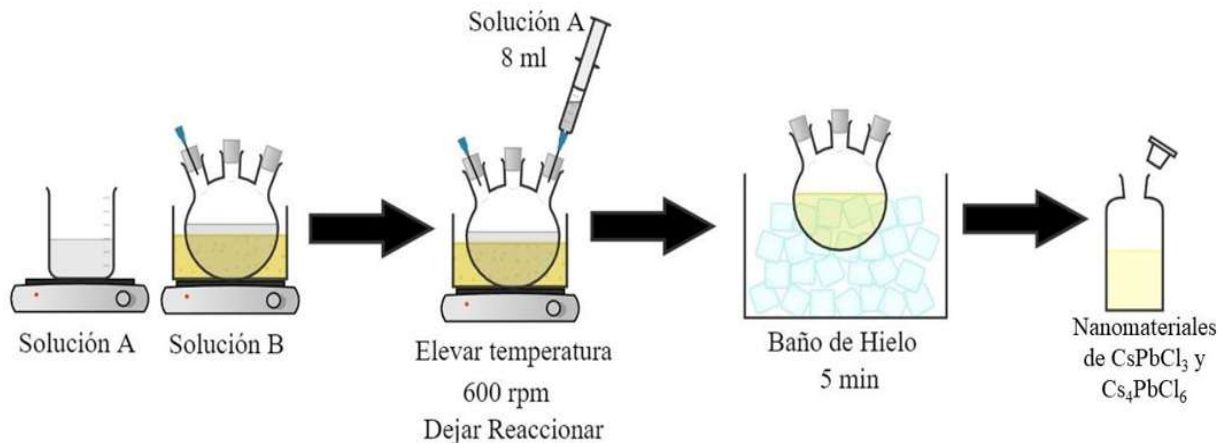


Figura 3.13 Diagrama de los pasos de la inyección en la síntesis

Tabla 3.6 Variación de la temperatura y el tiempo de reacción para la síntesis.

Temperatura	Tiempo de reacción
150° C	5 minutos
170° C	5 minutos
200° C	5 minutos
150° C	10 minutos
170° C	10 minutos
200° C	10 minutos

3.2 Lavado de nanomateriales con estructura perovskita de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6

Se llevo a cabo el lavado de nanomateriales con estructura perovskita de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 . Primero se descongelaron las soluciones por aproximadamente 20 min a temperatura ambiente. Al estar líquidos se colocaron 2 ml de cada una de las muestras un tubo de ensaye, a las que se les agrego 4 ml de etil acetato. Se llevaron a centrifugar a 4700 rpm durante 5 minutos, transcurrido el tiempo se deshecho el sobrenadante. Posteriormente se agregó 1 ml de etil acetato y 1 mL de hexano anhidro a cada muestra, se centrifugó a 4700 rpm durante otros 5 minutos, y se deshecho el sobrenadante. Finalmente, las pastillas se resuspendieron en 5 ml de hexano anhidro, se agitaron los tubos de ensaye para incorporar las pastillas con el hexano anhidro, las muestras lavadas se pasaron a un vial de vidrio rotulado y se guardaron en refrigeración. En la figura 3.14 se muestra el diagrama de los pasos ya mencionados para el lavado de las muestras.

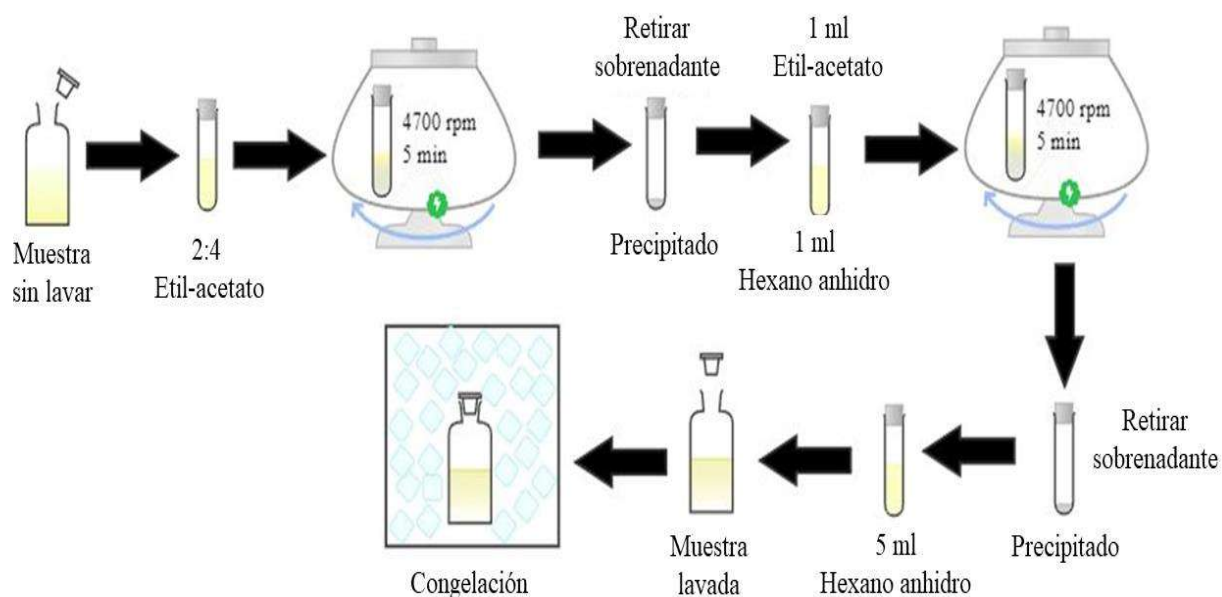


Figura 3.14. Diagrama del lavado de muestras con etil acetato

3.3 Caracterización

La caracterización de los materiales sintetizados se realizó por diferentes técnicas complementarias entre sí, que proporcionan diferente información, como se muestra en la tabla 3.7 .

Tabla 3.7. Técnicas de caracterización utilizadas

Técnicas de caracterización	Información obtenida
DRX	Estructura cristalina
MEB	Forma Distribución de tamaño
UV-VIS	Absorción
Fotoluminiscencia	Fotoluminiscencia

3.3.1 Difracción de rayos X

La técnica de difracción de rayos X permite obtener información sobre la estructura cristalina analizando la difracción que produce en un haz de rayos X. Los rayos X son radiación electromagnética de longitud de onda corta. Si se hace incidir un haz de rayos X sobre un sólido, parte del haz se dispersa al interactuar con la red atómica. De toda la radiación dispersada tan solo algunos rayos se mantienen en fase, aquellos que presentan una diferencia de camino óptico proporcional a la distancia interplanar de los átomos del sólido cristalino, dando lugar a una interferencia constructiva [48].

La preparación de las muestras para la técnica de DRX, consistió en realizar un secado de los nanomaterial sobre vidrios de silicio con flujo bajo y constante de nitrógeno, se colocaron varias capas de estos nanomateriales por goteo para obtener una película delgada y uniforme en el vidrio de silicio. Posteriormente se tiene que guardaron en atmosfera inerte (N₂) con una humedad controlada menor o igual al 30%.

Se utilizó un difractómetro de rayos X modelo: D2 PHASER. Marca: Bruker, que cuenta con una geometría Bragg-Brentano, detector LYNXEYE. Este equipo utiliza el software DIFFRAC.SUITE con un ánodo de Cu y una radiación de $\lambda=1.5406 \text{ \AA}$. Las muestras fueron analizadas en un rango 2θ de (10 a 70°) con tiempo de 0.6 s y con incremento de 0.02°.

Los picos de difracción de rayos X obtenidos se indexaron por la comparación con tarjetas de difracción JCDPS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards).

3.3.2 Microscopia electrónica de barrido

En la microscopia electrónica de barrido se utiliza un microscopio electrónico de barrido, el cual alcanza una resolución nanométrica al utilizar electrones para formar la imagen. Recoge otras señales de electrones que interaccionan con los átomos de la superficie de la muestra de diferentes maneras, como electrones secundarios producto de ionizaciones o electrones retro-dispersados. De esta manera permite obtener información tridimensional y sobre la topografía de la superficie de la muestra. El análisis de energía dispersiva permite conocer la composición química de la muestra. Mediante un haz electrónico se excitan los electrones atómicos a estados energéticos superiores, que al volver a su estado de energía inicial emiten en forma de radiación la diferencia energética. La diferencia entre niveles energéticos es específica de cada elemento, observando la energía de los fotones emitidos puede averiguarse la composición elemental de la muestra [49].

Se utilizó esta técnica para obtener la morfología, la distribución de tamaño de las muestras. La preparación de la muestra fue análoga a la realizada para preparar muestras para DRX, en vidrios de silicio se secó la muestra con flujo constante y bajo de nitrógeno colocando capas mediante goteo de la muestra para poder obtener una capa delgada y uniforme. Se utilizó un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo de la marca JEOL modelo JSM- 7600F.

3.3.3 Ultravioleta-visible

La espectroscopía de UV-VIS permite medir el espectro de absorción en la región Ultravioleta-visible. Esta técnica se fundamenta en el principio de la ley de Lambert-Beer. Un espectrofotómetro UV-VIS es un instrumento que consiste en una fuente de luz, un soporte simple, una rejilla de difracción ya sea un monocromador o un prisma utilizado para dispersar las diferentes longitudes de onda y un detector. La fuente es por lo general un filamento de tungsteno o un diodo emisor de luz, mientras que el detector puede ser un tubo fotomultiplicador, un fotodiodo, o un dispositivo de carga acoplada. En un solo instrumento de haz toda la luz pasa a través de la muestra, el espectrómetro es calibrado por una corrección de línea de base en el que la absorbancia de una sustancia de referencia se establece como el valor de la línea de base y luego la absorbancia de todas las sustancias se miden con respecto al blanco [50].

Se empleó un equipo VELAB (VE-5100UV) con un software MetaSpec Pro. Se utilizó una celda de cuarzo de volumen de 2.5 ml. Las muestras fueron analizadas en un rango de longitud de 200 a 800 nm. Mediante los espectros de absorción obtenidos se determinó la región de absorbancia del nanomaterial sintetizado por medio del método gráfico de tauc plot.

3.3.4 Fotoluminiscencia

La fotoluminiscencia es una herramienta espectroscópica utilizada en la caracterización de las transiciones ópticas en semiconductores. La fotoluminiscencia sucede por la interacción de electrones de conducción que son los que están por encima del valor de la energía para un electrón; mientras que los electrones de valencia son los que se encuentran debajo del valor determinado. De esta manera, la espectroscopía de luminiscencia molecular es la medición de la luz emitida por una muestra. La luminiscencia es la emisión de luz en la región visible o ultravioleta donde la muestra no está siendo excitada por el calentamiento [51].

Se cortaron discos de 5 mm para cada una de las muestras. Se utilizó un espectrofluorímetro (Acton Research modular 2300), que consiste en una fuente de luz blanca de 75 W (lámpara de Xenón), dos monocromadores, un fotomultiplicador (R955), y detectores (visible e infrarrojo). El software con el que se opera el equipo es Spectra-Sencse. Se utilizó para excitar las muestras en una longitud de onda de 405 nm.

Capítulo 4.

4.1 Resultado y discusión

En este capítulo se muestran los resultados obtenidos por difracción de rayos, microscopía electrónica de barrido, Uv-Vis y fotoluminiscencia, además, una breve discusión de los resultados en comparación de otros artículos mencionados en el estado del arte.

En la parte de resultados de difracción se muestran los histogramas que nos mostraron la composición y estructura cristalina de cada muestra, los resultados de microscopía electrónica de barrido se pueden estimar el tamaño en longitud, ancho y espesor de cada muestra esto gracias a las micrografías obtenidas, por la técnica de Uv-Vis se midió la absorbancia de cada muestra, por fotoluminiscencia se obtuvieron la emisión de cada muestra.

4.1.1 Resultados de Difracción de rayos X

La Figura 4.15 muestra los resultados obtenidos por medio de la técnica de difracción de rayos x para las muestras con tiempos de reacción de 5 minutos y temperatura de reacción de 150, 170 y 200 °C, respectivamente. La Figura 4.15 muestra el Difractograma de la muestra sintetizada a 150 °C, con la tarjeta de difracción JCPDS #04-011-0197 correspondiente a la estructura cristalina monoclinica de Cs_4PbCl_6 . Así mismo, para la muestra sintetizada a 170 °C (ver Figura 4.15), los picos fueron indexados con la tarjeta JCPDS #04-005-6612 correspondiente a la estructura cristalina cubica del CsPbCl_3 . Finalmente, en la Figura 4.15 exhibe el patrón de DRX de la muestra obtenida a 200 °C, cuyos picos de difracción coinciden con la tarjeta JCPDS #00-018-0365 de la estructura cristalina tetragonal de CsPbCl_3 . Todos los picos de difracción obtenidos en los 3 difractogramas coinciden con los picos reportados en las tarjetas.

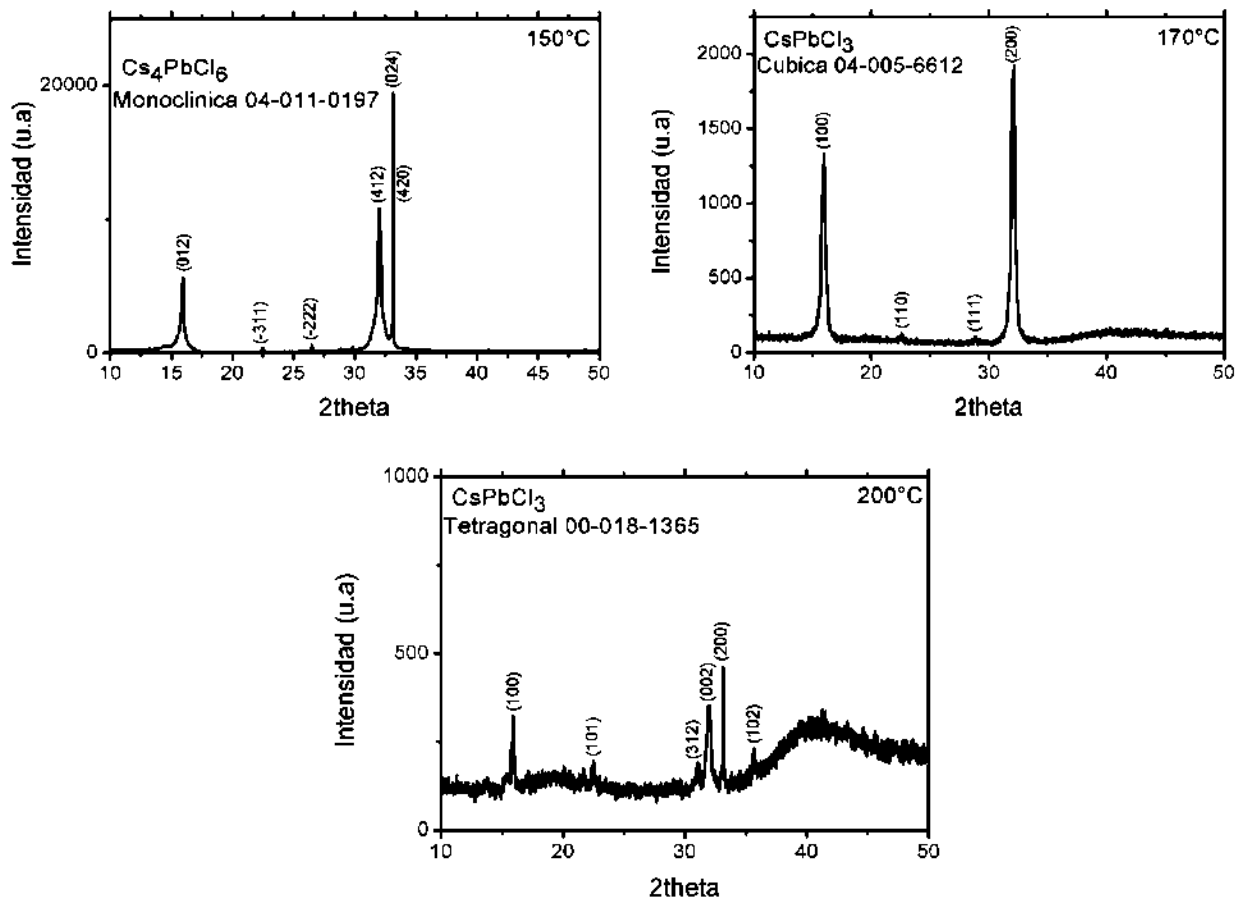


Figura 4.15. Patrones de DRX para las muestras sintetizadas en 5 minutos de reacción; 150, 170 y 200 °C.

La Figura 4.16 exhibe los difractogramas obtenidos para las muestras sintetizadas a 10 minutos de reacción a diferentes temperaturas de reacción 150, 170, 200 °C, respectivamente. La Figura 4.16 muestra el patrón de DRX de la muestra obtenida a 150 °C, se indexaron dos estructuras cristalinas de acuerdo a las tarjetas de difracción de JCPDS #04-014-7544 correspondiente a la estructura cristalina romboédrica de Cs₄PbCl₆. La Figura 4.16 también expone el difractograma de la muestra sintetizada a 170 °C, cuyos picos de difracción coinciden con los reportados en la tarjeta JCPDS #04-011-0197 de la estructura cristalina monoclinica de Cs₄PbCl₆. Finalmente, se muestra en la Figura 4.16 el difractograma de la muestra obtenida a 200 °C, identificándose los picos correspondientes a la estructura cristalina tetragonal del CsPbCl₃ de acuerdo a la tarjeta JCPDS #00-0018-0366. De igual forma los picos obtenidos en los tres difractogramas coinciden en posición con los picos reportados en las tarjetas.

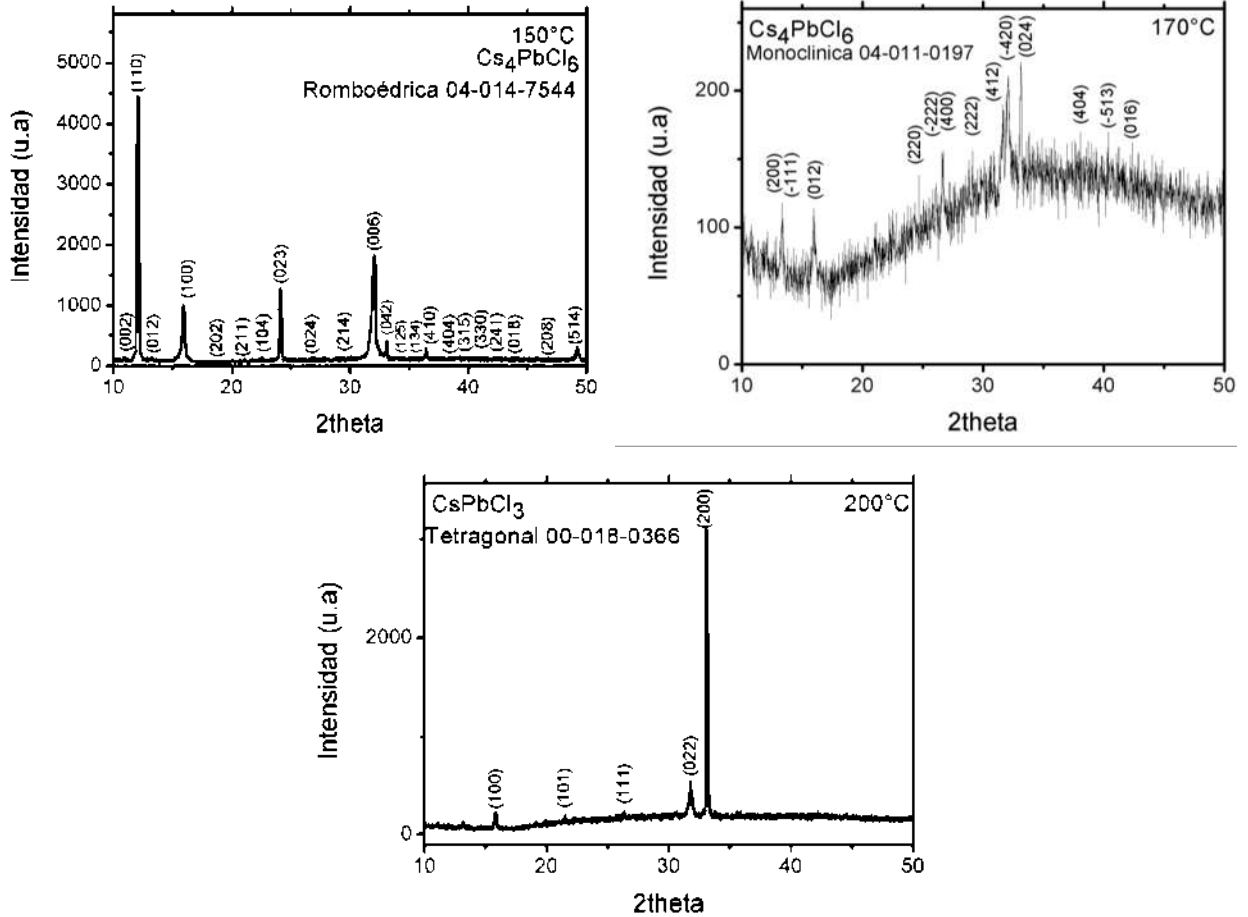


Figura 4.16. Patrones de DRX para las muestras sintetizadas en 10 minutos de reacción;

150, 170 y 200° C

Con los resultados obtenidos con la técnica de difracción de rayos X se puede demostrar que, al sintetizar nanomateriales por el método de inyección en caliente, se obtienen nanomateriales de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 con estructura perovskita, con fases cristalinas tetragonal, cubica, monoclinica y romboédrica, la literatura coincide con que estos materiales poseen estructuras cristalinas ortorrómbica, tetragonal y cubica. Resultados similares a estos fueron reportados por Fan y col. donde obtiene nanohojas de CsPbCl_3 de estructura con una estructura cristalina tetragonal siguiendo el mismo método de síntesis con diferentes condiciones utilizadas en este trabajo, otro trabajo reportado por Longfei y col. también reporta una estructura cristalina para nanohojas de estructura perovskita CsPbCl_3 por el mismo método de síntesis. Sin embargo, resultados para nanohojas de CsPbBr_3 reportados por Javad y col. presenta nanohojas que obtuvieron estructuras cristalinas ortorrómbica, cubica y tetragonal por el método de inyección en

caliente en este caso variando cantidad de los ligandos lo que propicio al cambio de fase en la estructura cristalina.

Por lo tanto, algunos de los resultados coinciden con los reportados y mencionados anteriormente ya que también se presentan las estructuras cristalinas tetragonal y cubica en la muestras de 5 minutos a 170 y 200 °C y a 10 minutos a 200 °C. En cambio, para las muestras de 5 minutos a 150 °C y de 10 minutos a 150 y 170 °C cambiaron su estructura cristalina a monoclnica en las muestras de 5 minutos a 150 °C y 10 minutos a 170 °C, en la muestra de 10 minutos 150 °C cambio a una estructura romboédrica, este cambio de estructura lo podemos asociar al cambio de los elementos de los cationes.

Se observa, que en los difractogramas el pico principal se encuentre entre los 30° y 35°, antes de este se encuentra el segundo pico principal y de que se tengan algunos picos adicionales es visible cuando las nanohojas están inclinadas, con una orientación vertical o en regiones que incluyen o apilan varias nanohojas. En trabajos como los de Javad y col. obtiene difractogramas similares donde el pico principal se encuentra después de segundo pico principal. En otros trabajos se informa que la relación de intensidad con los picos cambia por el tamaño y la disminución de la intensidad sugiere un aumento en el espesor que se obtienen en las nanohojas.

4.1.2 Resultados de Microscopia Electrónica de Barrido

Los resultados obtenidos por la técnica de microscopia electrónica de barrido, así como los histogramas de distribución de tamaño de partícula (respecto a espesor, longitud y ancho) de cada una de las muestras obtenidas a diferente tiempo y temperatura de reacción se muestran en las Figuras 4.17 a 4.22.

La Figura 4.17 exhibe los histogramas de distribución de tamaño de partícula de las muestras sintetizadas respecto a su espesor, longitud y ancho, así como, las micrografías obtenidas por MEB de las muestras sintetizadas a 5 minutos 150 °C de reacción. La Figura 4.17 exhibe la distribución del tamaño de partícula correspondiente al espesor del nanomaterial con estructura perovskita, con un espesor promedio 20 nm. Por otro lado, se expone la distribución de tamaño de partícula respecto a la longitud del nanomaterial de estructura perovskita, con una longitud promedio de 960 nm, la distribución del tamaño de partícula correspondiente al ancho del nanomaterial con estructura perovskita, con un ancho promedio 715 nm. Estas distribuciones de

tamaños de partícula fueron obtenidas a partir de las micrografías obtenidas por MEB de esta muestra se exhiben en la Figura 4.17, se observan nanohojas de espesor nanométrico con morfología cuadrada y rectangular.

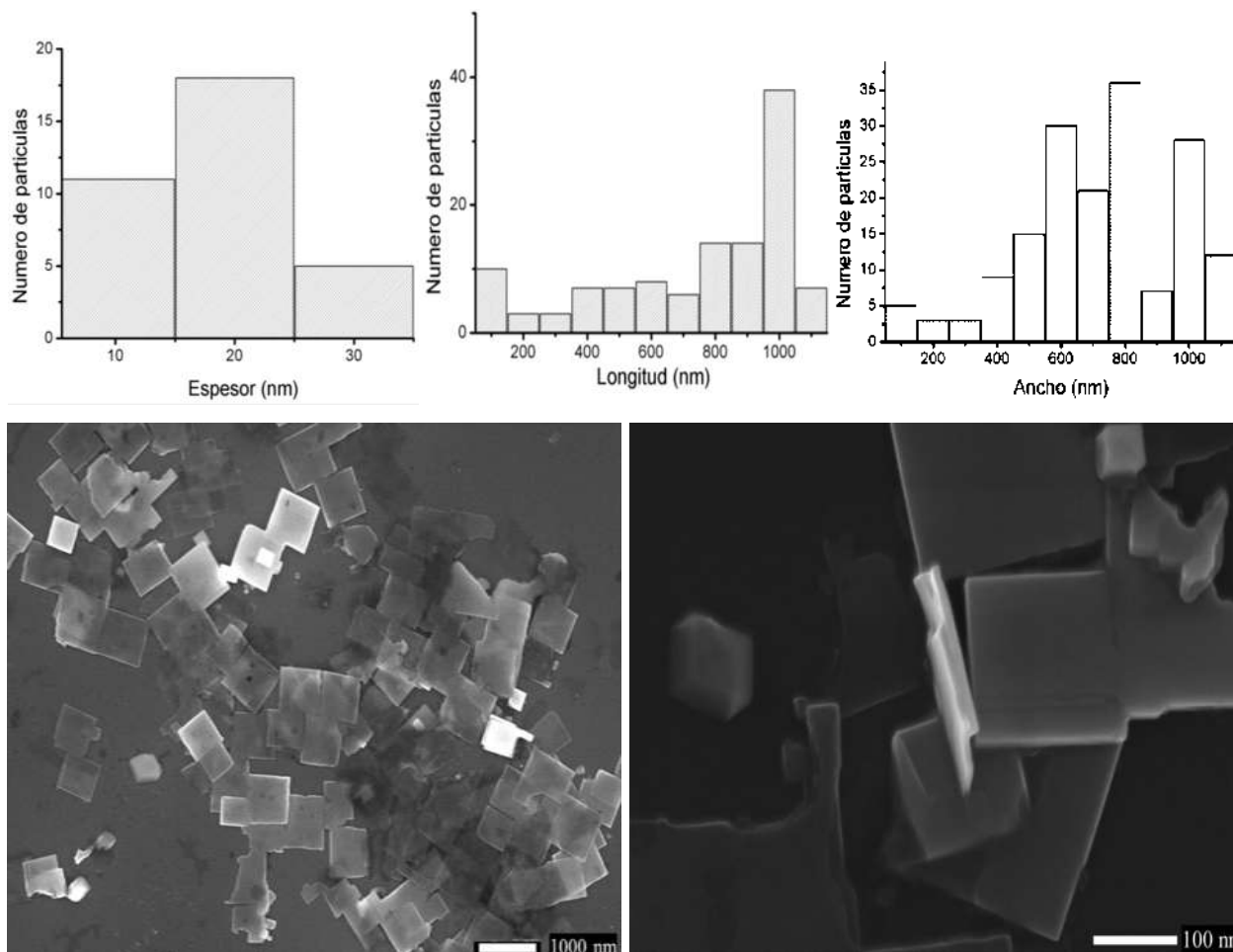


Figura 4.17 Histograma de distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 5 min 150 °C espesor, longitud, ancho y micrografías obtenida por MEB.

La Figura 4.18 exhibe los histogramas de distribución de tamaño respecto al espesor, longitud y ancho del nanomaterial de estructura perovskita. Así como la micrografía obtenida por MEB del nanomaterial de estructura perovskita sintetizado a 5 min 170 °C de reacción, respectivamente. La figura 4.18 muestra la distribución del tamaño de partícula respecto al espesor del nanomaterial con estructura perovskita, con un espesor promedio de 35 nm. Además, exhibe la distribución de tamaño de partícula respecto a la longitud del nanomaterial de estructura perovskita sintetizado, con una longitud promedio de 978 nm, muestra la distribución de tamaño de partícula respecto al ancho del nanomaterial con estructura perovskita, con un ancho promedio de 699 nm.

En la Figura 4.18 muestra micrográficas obtenida por MEB exhibiendo nanohojas dispersas con morfologías cuadrada y rectangular de espesor nanométrico.

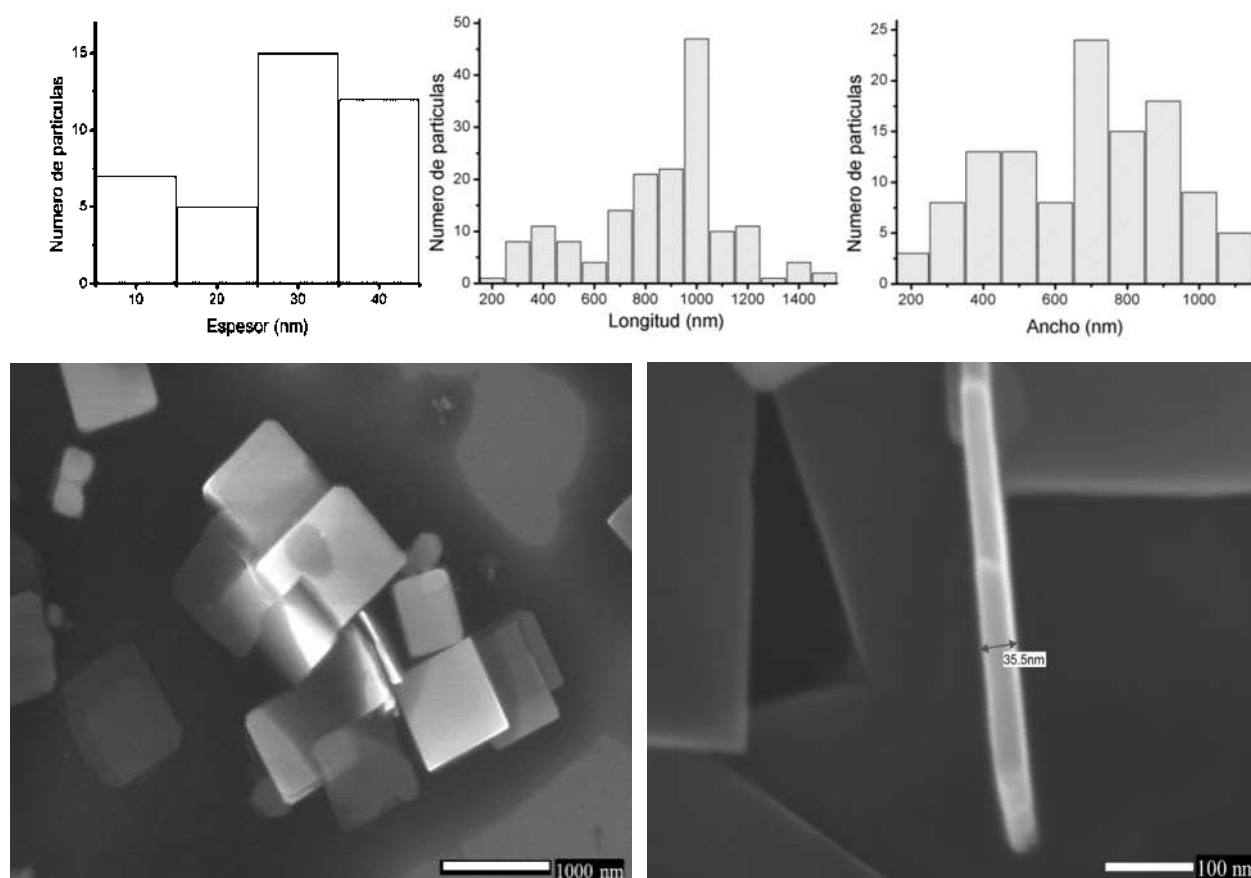


Figura 4.18 Histograma de distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 5 min 170 °C espesor, longitud, ancho y micrográficas obtenida por MEB.

La Figura 4.19 exhibe los histogramas de distribución de tamaño de partícula de las muestras sintetizadas respecto a su espesor, longitud y ancho, así como, las micrográficas obtenidas por MEB de los nanomateriales de estructura perovskita sintetizados a 5 minutos y 200 °C de reacción. La Figura 4.19 exhibe la distribución del tamaño de partícula correspondiente al espesor los nanomateriales de perovskita, con un espesor promedio 26 nm. Por otro lado, se expone la distribución de tamaño de partícula respecto a la longitud de los nanomateriales con estructura perovskita, con una longitud promedio de 289 nm, también muestra la distribución de tamaño de partícula correspondiente al ancho del nanomaterial de estructura perovskita con un ancho promedio 168 nm. Estas distribuciones de tamaños de partícula fueron obtenidas a partir de las

micrografías obtenidas por MEB de esta muestra que se exhiben en la Figura 4.19, se observan nanohojas de espesor nanométrico con morfología cuadrada y rectangular.

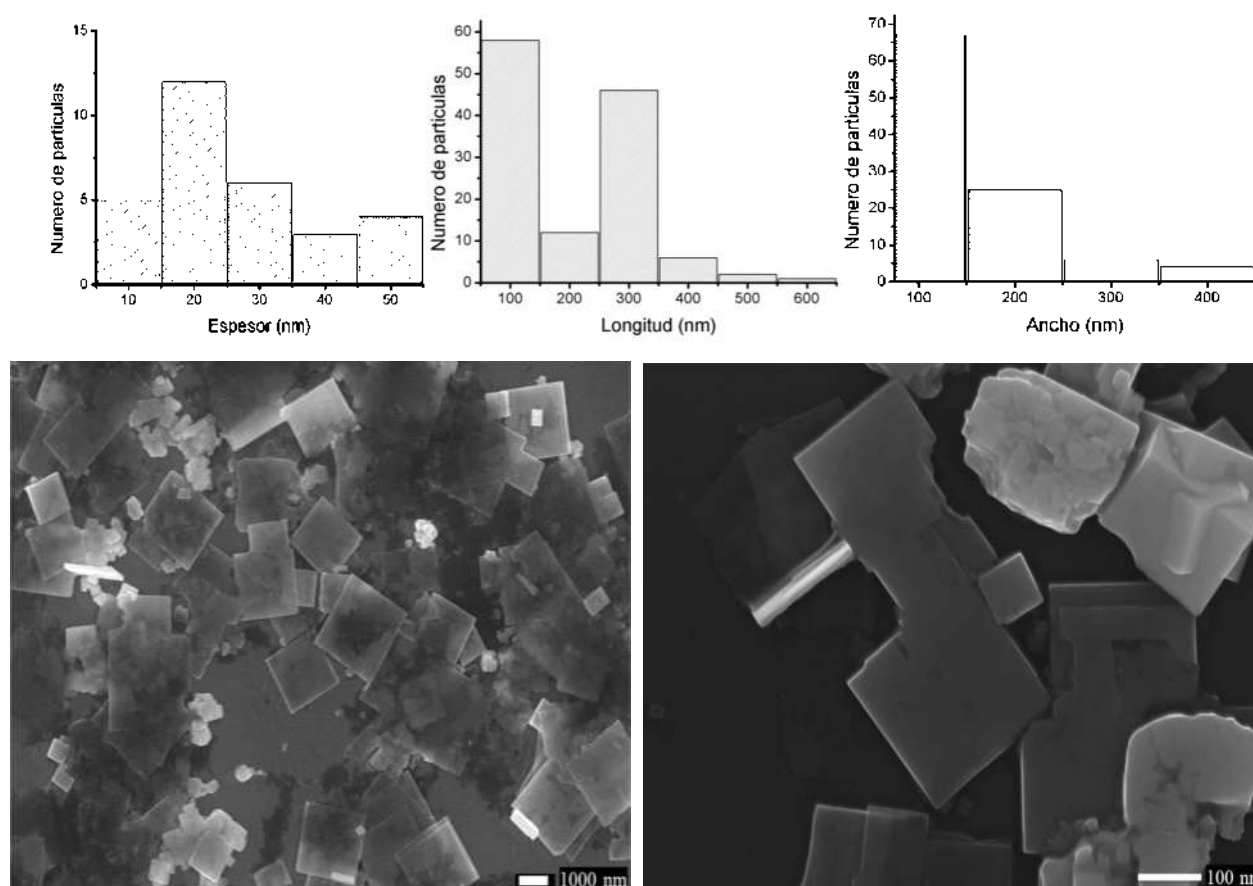


Figura 4.19 Histograma de distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 5 min 200 °C espesor, longitud ancho y micrografías obtenida por MEB.

La Figura 4.20 exhibe los histogramas de distribución de tamaño de partícula de las muestras sintetizadas respecto a su espesor, longitud y ancho, así como, las micrografías obtenidas por MEB de los nanomateriales de estructura perovskita sintetizados a 10 minutos 150 °C de reacción. La Figura 4.20 exhibe la distribución del tamaño de partícula correspondiente al espesor los nanomateriales de estructura perovskita, con un espesor promedio 22 nm. Por otro lado, se expone la distribución de tamaño de partícula respecto a la longitud de los nanomateriales con estructura perovskita, con una longitud promedio de 1059 nm, también se muestra la distribución de tamaño de partícula correspondiente al ancho del nanomaterial de estructura perovskita, con un ancho promedio de 838 nm. Estas distribuciones de tamaños de partícula fueron obtenidas a partir

de las micrografías obtenidas por MEB de esta muestra que se exhiben la Figura 4.20, se observan nanohojas de espesor nanométrico con morfología cuadrada y rectangular.

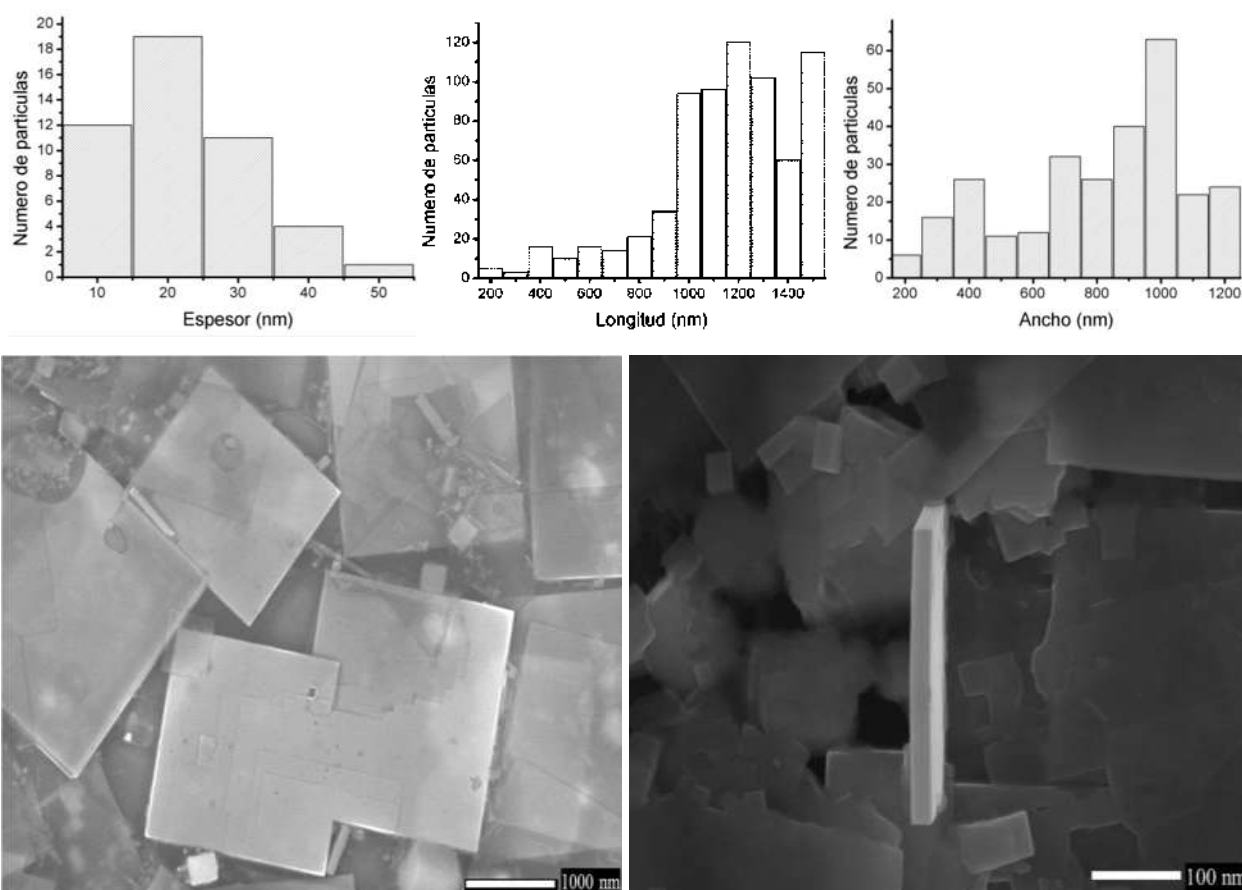


Figura 4.20 Histograma de distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 10 min 150 °C espesor, longitud, ancho y micrografías obtenida por MEB.

La Figura 4.21 exhibe los histogramas de distribución de tamaño de partícula de las muestras sintetizadas respecto a su espesor, longitud y ancho, así como, las micrografías obtenidas por MEB de los nanomateriales de estructura perovskita sintetizados a 10 minutos 170 °C de reacción. La Figura 4.21 exhibe la distribución del tamaño de partícula correspondiente al espesor los nanomateriales de estructura perovskita, con un espesor promedio 31 nm. Por otro lado, se expone la distribución de tamaño de partícula respecto a la longitud de los nanomateriales con estructura perovskita, con una longitud promedio de 897 nm, también se muestra la distribución de tamaño de partícula correspondiente al ancho de los nanomateriales de estructura perovskita, con un ancho promedio de 860 nm. Estas distribuciones de tamaños de partícula fueron obtenidas a

partir de las micrografías obtenidas por MEB de esta muestra que se exhiben en la Figura 4.21, se observan nanohojas de espesor nanométrico con morfología cuadrada y rectangular.

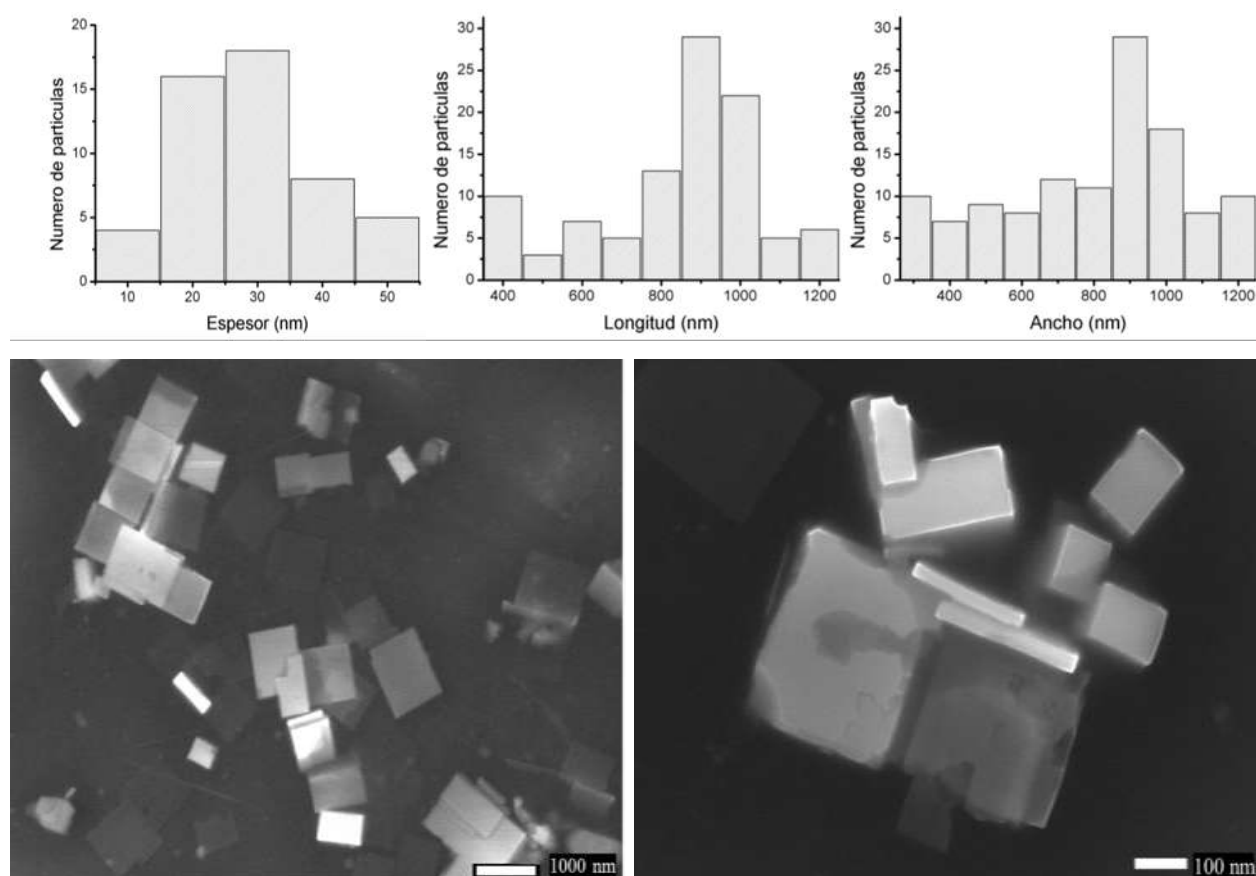


Figura 4.21 Histograma de distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 10 min 170 °C espesor, longitud, ancho y micrografías obtenida por MEB.

La Figura 4.22 exhibe los histogramas de distribución de tamaño de partícula de las muestras sintetizadas respecto a su espesor, longitud y ancho, así como, las micrografías obtenidas por MEB de los nanomateriales con estructura perovskita sintetizados a 10 minutos 200 °C de reacción. La Figura 4.22 exhibe la distribución del tamaño de partícula correspondiente al espesor los nanomateriales de estructura perovskita, con un espesor promedio 24 nm. Por otro lado, se expone la distribución de tamaño de partícula respecto a la longitud de los nanomateriales, con una longitud promedio de 338 nm, también se muestra la distribución de tamaño de partícula correspondiente al ancho, con un ancho promedio de 288 nm. Estas distribuciones de tamaños de partícula fueron obtenidas a partir de las micrografías obtenidas por MEB de esta muestra que se

exhiben en la Figura 4.22, se observan nanohojas de espesor nanométrico con morfología rectangular.

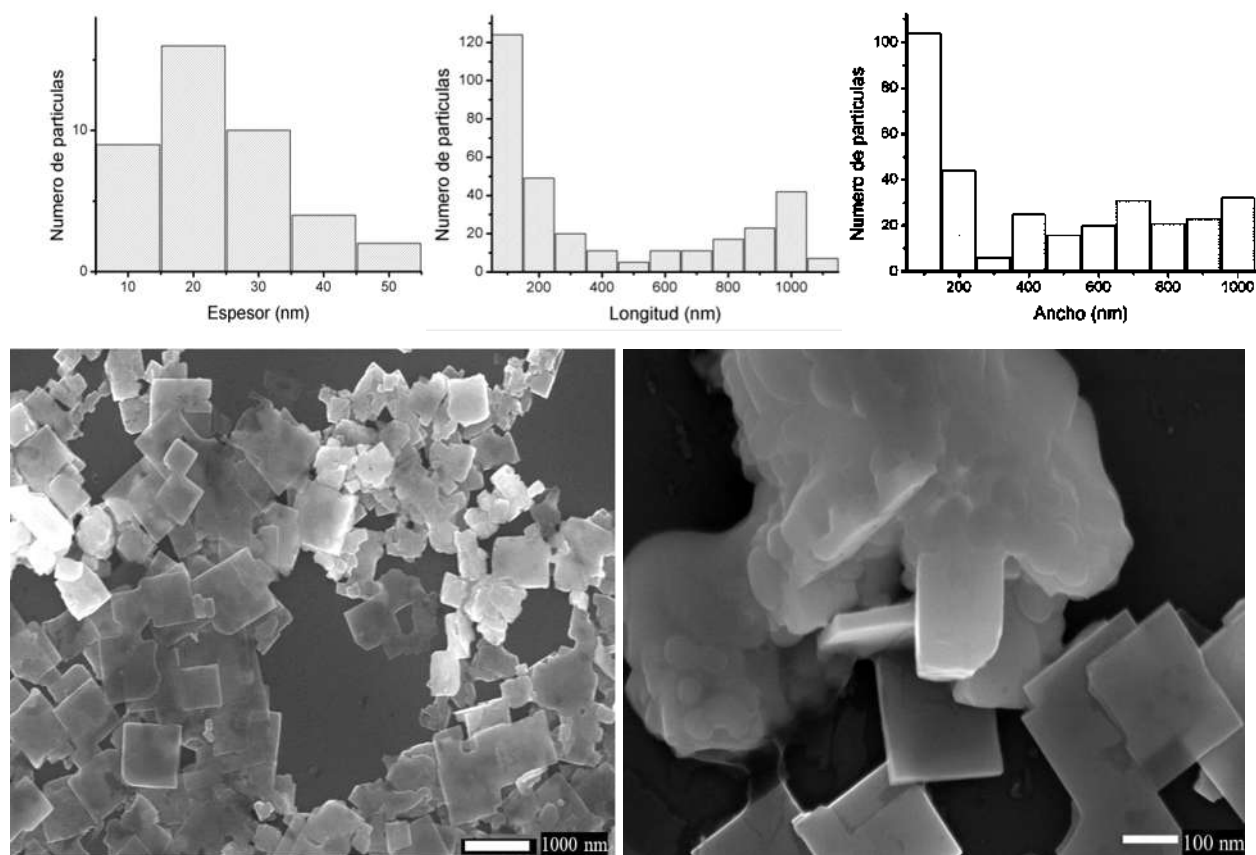


Figura 4.22 Histogramas distribuciones de tamaño de partícula de la muestra 10 min 200 °C espesor, longitud, ancho y micrografías obtenida por MEB.

En una síntesis típica por inyección en caliente para nanohojas de CsPbCl₃ la temperatura y el tiempo de reacción son de 80 °C durante 2 horas. En trabajos como el de Longfei y col. se manejaron temperaturas de 80 y 150 °C que dieron a lugar nanohojas con tamaños laterales en rangos de entre 170 a 1000 nm con espesores de 3 a 10 nm, logrando nanohojas con dimensiones laterales y espesores más pequeños con temperatura de 80°C y logrando longitudes de hasta 1 µm y aumentando ligeramente el espesor a temperaturas de 150 °C. por lo tanto podemos decir que la temperatura es un factor importante en el crecimiento de la longitud de las nanohojas, ya que el espesor no se ve muy afectado por el incremento de temperatura. En este mismo trabajo se utilizó un tiempo de reacción de 30 minutos en ambas temperaturas, bajando considerablemente el tiempo de reacción a la de la síntesis típica, no podemos afirmar que el cambio en la variable del tiempo de reacción sea un factor que afecte al crecimiento del espesor de las nanohojas. En otro trabajo de

nanohojas de CsPbCl_3 Fan y col. sintetizaron nanohojas por inyección en caliente con algunas modificaciones al método, manejan temperatura de reacción de $170\text{ }^\circ\text{C}$ y tiempo de reacción de 10 segundos, elevando un poco más la temperatura a la de la síntesis típica, pero bajando por mucho el tiempo de reacción a segundos lograron obtener nanohojas con longitudes de 100 nm y un espesor de 3 a 11 nm. Mientras que en el trabajo de Javad y col. reportan el efecto de la variación la temperatura y tiempo de reacción por el método de inyección en caliente manejando temperaturas menores a $145\text{ }^\circ\text{C}$ y superiores a $155\text{ }^\circ\text{C}$, con tiempos de reacción por debajo de 5 minutos, superiores a 5 minutos y 5 minutos. Dando como resultados nanohojas con longitudes en los rangos de 120 a 1300 nm con espesores de rangos desde 2.7 a 5 nm, mostrando así que el tiempo óptimo para sintetizar nanohojas es de 5 minutos, ya que por debajo de los 5 minutos no se lograba el ideal crecimiento de las nanohojas y superior a los 5 minutos se obtenían muchas aglomeraciones. En cuanto a la temperatura de reacción, temperaturas de menores a $145\text{ }^\circ\text{C}$ el crecimiento de las nanohojas es lento y no uniforme, a temperaturas mayores a $155\text{ }^\circ\text{C}$ obtuvieron nanohojas con subproductos como nanocubos y nanocables.

Los resultados obtenidos en este trabajo a temperaturas de 150 y $170\text{ }^\circ\text{C}$ con 10 y 5 minutos de reacción coinciden con los reportados ya que para esas muestras se obtiene nanohojas con grandes longitudes que van asociadas a la temperatura de reacción y que se incrementa con el tiempo de reacción, por otro lado, el grosor sí se ve más afectado por la temperatura y tiempo de reacción, este llegó a los 35 nm, por lo que los nanomateriales con este grosor se pueden considerar subproductos que se dieron durante la síntesis a una temperatura más elevada ya que estos solo se presentaron en las muestras sintetizadas con temperatura de reacción de $170\text{ }^\circ\text{C}$.

Actualmente no se ha reportado algún trabajo que haya manejado temperaturas por encima de los $170\text{ }^\circ\text{C}$, pero lo que se ha reportado de las temperaturas a $170\text{ }^\circ\text{C}$ al ser una temperatura muy elevada el crecimiento es muy rápido por lo que se crean aglomeraciones, lo que coincide con los resultados de las muestras sintetizadas a $200\text{ }^\circ\text{C}$ de 10 y 5 minutos, en las imágenes obtenidas por MEB se puede observar que ya se empiezan a presentar aglomeraciones y como resultado quedan las nanohojas no aglomeradas con tamaños más pequeños, debido a que las aglomeraciones no permiten el crecimiento uniforme.

4.1.3 Resultados de la técnica de espectroscopía Uv-Vis

En la Figura 4.23 se muestran los resultados obtenidos por medio de la técnica de espectroscopía de Uv-Vis en el rango de longitud de onda de 350-500 nm. Todas las muestras mostraron una absorción en los 375 nm.

La muestra de 5 minutos a 150 °C que se representa en la Figura 4.23 con una línea negra es la que presenta una mayor absorbancia centrada en los 420 nm, la segunda muestra con mayor absorbancia es la muestra de 5 minutos a 150 °C que se representa con una línea verde claro, la muestra de 5 minutos a 170 °C que se representa con una línea roja tiene una menor absorbancia respecto a las mencionadas anteriormente, esta centrada en los 415 nm. Las muestras de 200 y 170 °C con 10 minutos y 200 °C con 5 minutos (representadas con líneas azul marino, verde oscuro y azul claro, respectivamente) presentan una baja absorbancia centrada en los 375 nm, las demás muestras presentan una mayor absorbancia en los 375 nm.

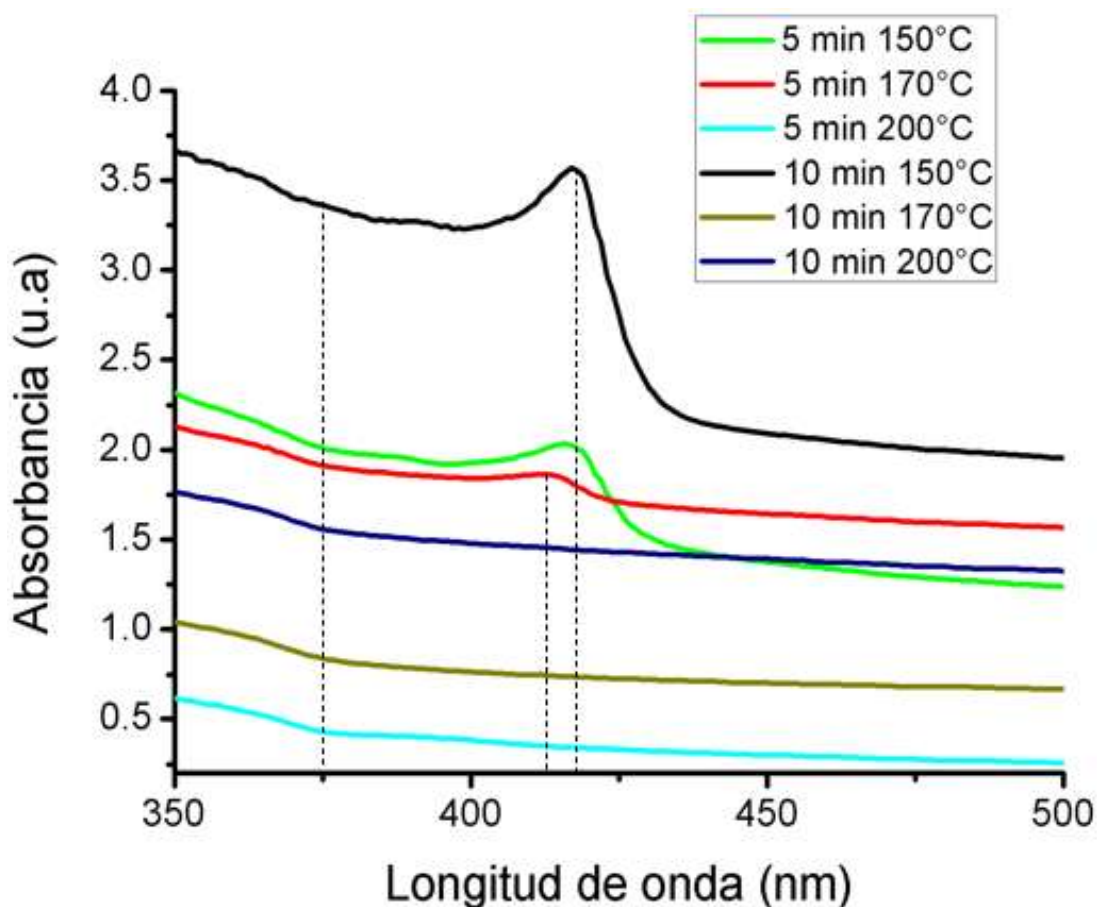


Figura 4.23 Espectros de absorbancia de las muestras de 10 y 5 minutos.

4.1.4 Resultados de Fotoluminiscencia

La figura 4.24 muestra los resultados obtenidos de fotoluminiscencia donde la longitud de onda va de 350-500 nm y se excitaron a 405 nm . Se observa que todas las muestras emiten entre los 375 y 425 nm, correspondiente al color violeta y azul.

La muestra que presenta una mayor fotoluminiscencia es la muestra de 5 minutos a 150 °C que se representa con una línea negra en la Figura 4.24, con una fotoluminiscencia centrada en los 425 nm. la muestra de 5 minutos con 150 °C también muestra una fotoluminiscencia centrada en los 422 nm con menor intensidad (se representa con una línea verde claro), la muestra con 5 minutos a 170°C que se representa con una línea roja, exhibió una fotoluminiscencia centrada en 420 nm, la muestra de 5 minutos a 200 °C (representada con una línea azul claro) presenta un corrimiento hacia los 405 nm con mayor intensidad, las muestras de 10 minutos a 200 y 170 °C representadas con líneas azul marino y verde oscuro, respectivamente, presentan una buena fotoluminiscencia centrada en los 375 nm, las demás muestras también presentan fotoluminiscencia en los 375 nm.

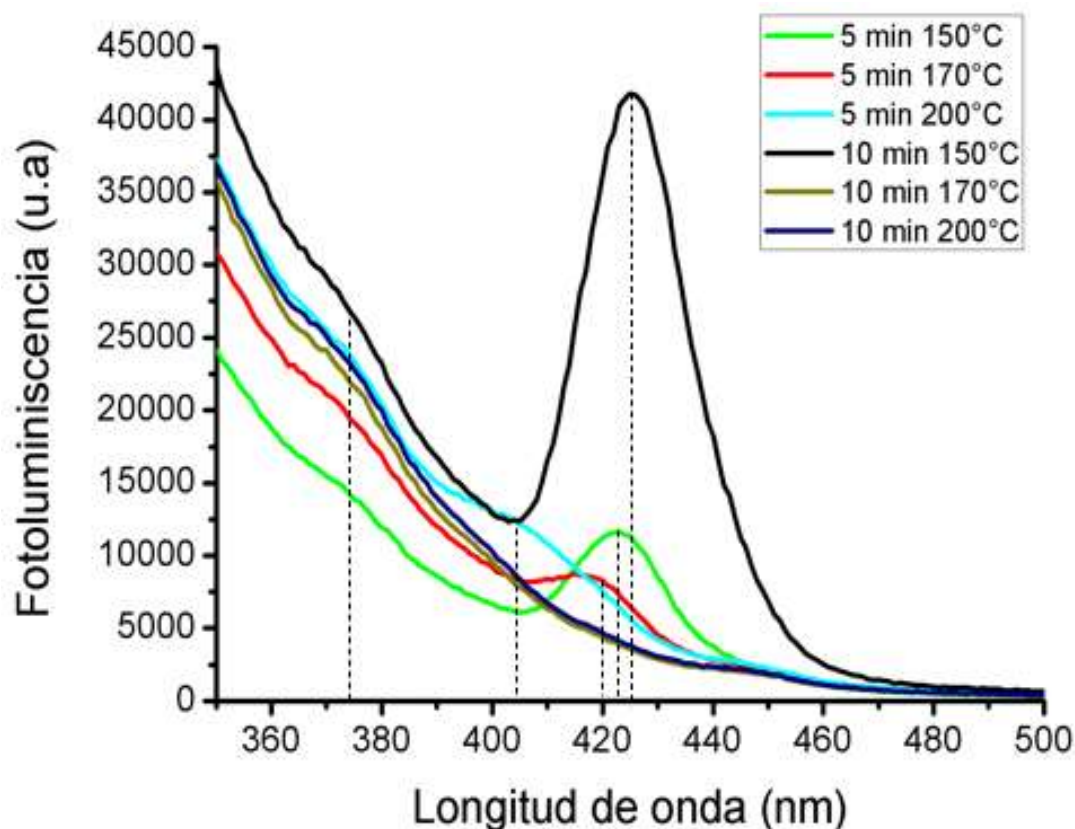


Figura 4.24 Espectros de fotoluminiscencia de las muestras de 10 y 5 minutos.

Finalmente, la Figura 4.25 exhibe en la parte superior las muestras que van de orden de 150, 170 y 200 °C con 5 minutos de reacción; 150, 170 y 200 °C con 10 minutos de reacción sin excitar en una celda de cuarzo. Mientras que, en la parte inferior se observan las muestras con el mismo orden mencionado excitadas con una lampara UV con longitud de onda de 395nm, exhibiendo emisión color azul.



Figura 4.25 Fotos tomadas de las muestras lavadas, sin emitir y excitados con lampara UV con longitud de onda de 395 nm.

La tabla 4.8 presenta todos los resultados obtenidos para su facilitar su observación y poder comparar todos los resultados de los muestras, además de poder analizarlos de una mejor manera se colocaron de forma que la muestra con mayor longitud hacia la muestra con menor longitud.

Tabla 4.8. Tabla de resultados de las muestras sintetizadas.

Tiempo	Temperatura	Longitud	Espesor	Emisión	Absorción	Composición y estructura cristalina
10 minutos	150 °C	1058 nm	22 nm	425 nm	420 nm	Cs ₄ PbCl ₆ Romboédrica
5 minutos	150 °C	960 nm	20 nm	422 nm	420 nm	Cs ₄ PbCl ₆ Monoclínica
5 minutos	170 °C	958 nm	35 nm	420 nm	420 nm	Cs ₄ PbCl ₆ Cubica
10 minutos	170 °C	874 nm	31 nm	400 nm	375 nm	CsPbCl ₃ Monoclínica
10 minutos	200 °C	338 nm	24 nm	400 nm	375 nm	CsPbCl ₃ Tetragonal
5 minutos	200 °C	289 nm	26 nm	400 nm	375 nm	CsPbCl ₃ Tetragonal

Se obtuvieron nanomateriales 2D cristalinos de CsPbCl₃ y Cs₄PbCl₆ con estructura perovskita por el método de inyección en caliente de acuerdo a los resultados obtenidos por DRX. Las muestras sintetizadas a 150 y 170 °C con 5 minutos y 150 °C con 10 minutos de reacción obtuvieron fase Cs₄PbCl₆ con estructuras cristalinas romboédrica y monoclínica, respectivamente. Mientras que para las demás muestras presentaron fase CsPbCl₃. Las muestras sintetizadas a 170 °C con 10 y minutos de reacción mostraron una estructura cristalina monoclínica y cubica, respectivamente, por otro lado, las sintetizadas a 200 °C con 10 y 5 minutos de reacción tuvieron una estructura cristalina tetragonal para ambas muestras.

Los resultados obtenidos por MEB mostraron que se obtuvieron nanomateriales con formas de nanohojas, con longitudes en el rango de 100 nm a 1.2 μm, con espesores en el rango de 10 nm a 50 nm y ancho que van de 100 nm a 1.2 μm, con morfologías cuadradas y rectangulares. La

muestra de 150 °C 5 minutos de reacción mostro una longitud promedio de 960 nm, ancho promedio de 715 nm y espesor promedio de 16nm. La muestra 150 °C 10 minutos con longitud promedio de 1058 nm, ancho promedio de 838 nm y espesor promedio de 18nm. La muestra de 170 °C 5 minutos exhibió una longitud promedio de 978 nm, ancho promedio 699 nm y espesor promedio de 35 nm. La muestra de 170 °C 10 minutos mostro una longitud promedio de 847 nm, ancho promedio 860 nm y espesor promedio 29 nm. La muestra 200 °C 5 minutos exhibió una longitud promedio de 289 nm, ancho promedio de 168 nm y espesor promedio de 24 nm y la muestra sintetizada a 200 °C 10 minutos de reacción mostró una longitud promedio de 338 nm, ancho promedio de 288 nm y espesor promedio de 19 nm.

El incremento de la temperatura y el tiempo de reacción propicio un crecimiento moderado del grosor de las nanohojas, mientras que en la longitud vario considerablemente con las diferentes condiciones de reacción. Se obtuvieron nanohojas con temperatura de reacción de 150 °C, 170 °C para los tiempos de 5 y 10 minutos. Mientras que a temperatura de 200 °C para los tiempos de 5 y 10 minutos se empieza a notar aglomeraciones dejando pocas nanohojas con tamaños más pequeños de longitud en comparación con las demás muestras.

Con resultados obtenidos por la técnica de Uv-Vis la muestra que tuvo una mayor absorción fue la muestra de 150 °C 10 minutos con una absorción centrada en 420 nm, al igual que las muestras de 150 y 170 °C, pero con menor intensidad. Las muestras de 170 y 200 °C 10 minutos y 200 °C 5 minutos presentaron una absorbancia centrada en 375 nm.

Se obtuvo fotoluminiscencia en 420 nm y su corrimiento hacia 400 nm se excitaron las muestra con 405 nm. La muestra de 150 °C 10 minutos presentó fotoluminiscencia centrada en los 425 nm, la muestra de 150 °C 5 minutos exhibió una fotoluminiscencia centrada en 422 nm, la muestra 170 °C 5 minutos mostró fotoluminiscencia centrada en 420 nm, las muestras de 170 y 200 °C 10 minutos y la muestra a 200 °C 5 minutos presentaron una fotoluminiscencia centrada en 375 nm.

A mayor longitud y menor espesor se obtiene una mejor absorbancia y fotoluminiscencia, la muestra de 10 minutos y 150 °C reacción fue la que exhibió estas características, por otro lado, la muestra de 5 minutos y 150 °C de reacción mostró nanohojas con longitud menor comparada con la anterior muestra. Sin embargo, esta muestra tuvo un espesor más bajo que la anterior lo que ayudó a mantener alta la absorbancia y fotoluminiscencia.

El incremento de la temperatura y el tiempo de reacción da a lugar nanohojas con estructura perovskita con una emisión pobre, ya que al incrementar la temperatura disminuye la longitud y aumenta el espesor. Al tener un tamaño más pequeño en longitud su absorbancia se recorre hacia los 40 nm, mientras que en la fotoluminiscencia se recorre hacia los 375 nm.

Capítulo 5

5.1 Conclusiones

Se obtuvieron nanomateriales 2D cristalinos de CsPbCl_3 y Cs_4PbCl_6 con estructura perovskita por el método de inyección en caliente de acuerdo a los resultados obtenidos por DRX

Los resultados obtenidos por MEB mostraron que se obtuvieron nanomateriales con formas de nanohojas, con morfologías cuadrada y rectangular, con:

- Longitud en el rango de 100 nm a 1.2 μm .
- Ancho en el rango de 100 nm a 1.2 μm .
- Espesor en el rango de 10 nm a 50 nm.

Con resultados obtenidos por la técnica de Uv-Vis la muestra que tuvo una mayor absorción fue la muestra de 150 °C 10 minutos con una absorción centrada en 420 nm, al igual que la muestra de 150 °C 5 minutos, pero con menor intensidad.

La muestra de 150 °C 10 minutos presentó mayor fotoluminiscencia centrada en 425 nm.

A mayor longitud y menor espesor se obtiene una mejor absorbancia y fotoluminiscencia.

El incremento de la temperatura y el tiempo de reacción propicio un crecimiento moderado del grosor y un menor crecimiento en la longitud y ancho de las nanohojas, este incremento también provoca una emisión y fotoluminiscencia pobre.

A 200 °C se crean aglomeraciones.

Referencias

- [1] B. K. Davut Cakici, *Advances in Nanoparticles*, London: Royal Society, 2004.
- [2] I. N. d. S. e. H. e. e. Trabajo, *Seguridad y salud en el trabajo con nanomateriales*, Madrid: Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo, 2015.
- [3] E. Rafaelov, *The Physics and Engineering of Compact Quantum Dot-based Lasers for Biophotonics*, EE.UU: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 3 de enero de 2014.
- [4] Y. X. F. L. Longfei Lv, «Generalized colloidal synthesis of high-quality, two-dimensional,» *Royal Society of Chemistry*, 2013.
- [5] T. K. K. R. C. S. F. H. L. P. G. K. P. E. K. H. C. S. M. M. F. A. C. Y. K. S. S. S. J. A. Ko H, «Ultrathin compound semiconductor on insulator layers for high-performance nanoscale transistors,» *Nature*, p. 9, 11 Noviembre 2010.
- [6] J. G. C. J. C. C. Wilson Rativa Parada, «Evaluation of the Perovskite LaFe_{0.2}Co_{0.8}O₃,» *Ciencia en Desarrollo*, p. 10, Enero 2017.
- [7] L. F. K. S. R. Wang, «Nanoláminas de perovskita CsPbBr₃ ultraestables para pantalla de imágenes de rayos X,» *Nano-Micro Lett*, vol. 11, nº 52, 2019 Junio 2019.
- [8] E. F. M. S. D. A. C. G. I. A. R. Roberto Grisorio, «Shape Tailoring of Iodine-Based Cesium Lead Halide Perovskite,» *Chemistry of nanomaterials for energy, biology and more*, 28 Enero 2020.
- [9] S. S. T. L.-L. J. M. R. E. D. I. R. Diego Esparza, «Light-induced effects on crystal size and photo-stability of colloidal CsPbBr₃ perovskite nanocrystals,» *Mater. Res. Express*, p. 18, 2019.
- [10] E. H. A. H. D. M. M. M. a. W. Z. Zhi-Jun Li, «General Strategy for the Growth of CsPbX₃ (X = Cl, Br, I) Perovskite,» *Chemistry of Materials*, vol. 11, p. 30, 2018.
- [11] C. L. B. M. S. P. D. P. Hervé Cruguel, «Electronic structure of CdSe-ZnS 2D nanoplatelets,» *Applied Physics Letters, American Institute of Physics*, p. 7, 2017.
- [12] J. B. C. J. L. H. L. Q. D. A. Y. S. Z. M. Y. S. Z. F. H. Z. C. R. P. R. B. B. C. R. H. L. M. K. T. G. J. W. Yifei Zhang, «Materiales de cambio de fase ópticos transparentes de banda ancha para fotónica no volátil de alto rendimiento,» *Comunicaciones de la naturaleza*, 30 Septiembre 2019.
- [13] W. N. A.-L. W. Z. B. C. C. T. Q. L. H. Z. Shuang Yang, «Ultrathin Two-Dimensional Organic-Inorganic Hybrid Perovskite Nanosheets with Bright, Tunable Photoluminescence and High Stability,» *Chemistry of Materials*, 15 Marzo 2017.

- [14] G. G. Espejo, «Síntesis y caracterización de materiales nanoestructurados: perovskitas híbridas, dobles y diacetilenos,» p. 204.
- [15] P. L. B. M. Kovalenko MV, «Properties and potential optoelectronic applications of lead halide perovskite nanocrystals,» *Science.*, 10 Noviembre 2017.
- [16] J. Shamsi, A. S. Urban, M. Imran, L. De Trizio y L. Manna, «Metal Halide Perovskite Nanocrystals: Synthesis, Post-Synthesis Modifications, and Their Optical Properties,» *Chemical Reviews*, 2019.
- [17] B. J. Bohn, Y. Tong, M. Gramlich, M. L. Lai, M. Doeblinger, K. Wang, R. L. Z. Hoye, P. Mueller-Buschbaum, S. D. Stranks, A. S. Urban, L. Polavarapu y J. Feldmann, «Boosting Tunable Blue Luminescence of Halide Perovskite Nanoplatelets through Postsynthetic Surface Trap Repair,» *Nano Letters*, 2018.
- [18] M. Á. P. P. Jesús Cembrero Cil, Introducción a la nanotecnología, Valencia, España: Universitat Politècnica de València, 2013.
- [19] G. Mendoza y J. L. Rodríguez-López, La nanociencia y la nanotecnología: una revolución en curso, Ciudad de Mexico: Facultad Latinoamericana de Ciencias Sociales, 2007.
- [20] V. & S. Pokropivny, «Clasificación de nanoestructuras por dimensionalidad y concepto de ingeniería de formas superficiales en ciencia de nanomateriales,» *Materials Science and Engineering*, 2007.
- [21] A. L. LILAO, «Análisis de la influencia de las características de los materiales pulverulent sobre su poder de emisión de polvo,» *Universidad Jaume de Castelló*, p. 243, 2017.
- [22] C. & P. I. Buzea, «Nanomaterials and their Classification,» de *Espectroscopia EMR/ESR/EPR para la caracterización de nanomateriales*, 2017.
- [23] R. C. Jiohao Yu, «Optical Properties and applications of two-dimensional CdSe nanoplatelets,» *Wilye*, p. 23, 16 Febrero 2020.
- [24] E. H. A. H. D. M. M. M. a. W. Z. Zhi-Jun Li, «General Strategy for the Growth of CsPbX₃ (X = Cl, Br, I) Perovskite Nanosheets from the Assembly of Nanorods,» *Química de Materiales*, p. 7, 2018.
- [25] S. Y. M. I. B. F. K. R. C. C. H. H. R. X. Y. A. W. y. M. V. K. Loredana Protesescu, «Nanocristales de perovskitas de haluro de plomo y cesio (CsPbX₃, X = Cl, Br e I): nuevos materiales optoelectrónicos que muestran una emisión brillante con una amplia gama de colores,» *Nano letras*, 2015.
- [26] Y. X. F. L. Longfei Lv, «Generalized colloidal synthesis of high-quality, two-dimensional,» *Royal Society of Chemistry*, Enero 2020.

- [27] J. Y. A. D. E. D. S. K. H. E. B. A. S. K. Z. W. J. Y. Y. W. L. N. Q. F. Y. M. G. X. L. J. S. T. D. M. C. M. A. S. S. K. J. A. Amrita Dey, «Estado del arte y perspectivas de los nanocristales de haluros de perovskita,» *ACS Nano*, vol. 15, n° 7, 2021.
- [28] F. C. Y. C. S. S. Z. W. W. W. Z. Xiaoming Li, «All Inorganic Halide Perovskites Nanosystem: Synthesis, Structural Features, Optical Properties and Optoelectronic Applications,» *Nano.Micro small*, vol. 13, n° 9, pp. -, 7 Marzo 2017.
- [29] J. M. F. ., R. B. ., C. O. ., W. y. S. I. Cristóbal Eames, «Transporte iónico en células solares híbridas de yoduro de plomo y perovskita,» *Comunicaciones de la naturaleza*, vol. 6, n° 7497, 2015.
- [30] J. A. D. P.-C. M. E. L. D. Aguadero de la Calle, «Structure, thermal stability and electrical properties of Ca(V0.5Mo0.5)O3 as solid oxide fuel cell anode,» *Journal of Power Sources*, vol. 19, n° 1, p. 83, 2009.
- [31] q. q. l. ., P. C. ., S. ., M. H. y. J. S. Zhiping Wang, «Células solares estables al aire ambiente eficientes con perovskitas de haluro de plomo de butilamonio-cesio-formamidinio heteroestructuradas 2D-3D,» *Energía nacional*, 2017.
- [32] B. Square, « Observing Phase Transitions in a Halide Perovskite Using Temperature Dependent Photoluminescence Spectroscopy,» *Edinburgh Instruments*.
- [33] A. L. A. ., M. ., A. ., M. B. ., P. ., D. ., F. W. ., H. ., M. ., G. ., w. ., F. M. y. M. B. Makhsud I. Saidaminov, «High-quality bulk hybrid perovskite single crystals within minutes by inverse temperature crystallization,» *inversa. Nat Commun*, 2015.
- [34] D. E. A. M.-B. T. L.-L. R. C. Siraj Sidhik, «Enhanced Photovoltaic Performance of Mesoscopic Perovskite Solar,» *The Journal of Physical Chemistry C*, p. 8, 6 Febrero 2017.
- [35] J. S. C. Robles, «Fabricación y optimización de celdas solares sensibilizadas,» *Universidad Autónoma de Zacatecas*, 2019.
- [36] B. A. K. S. W. E. P. Y. a. A. P. A. Yehonadav Bekenstein, «Highly Luminescent Colloidal Nanoplates of Perovskite Cesium Lead Halide and Their Oriented Assemblies,» *J. Am. Chem. Soc.*, 2015.
- [37] Y. Y. Y. B. A. B. W. A. P. A. a. P. Y. Dandan Zhang, «Ultrathin Colloidal Cesium Lead Halide Perovskite Nanowires,» *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 138, n° 40, 27 Septiembre 2016.
- [38] A. Z.-P. L. G.-G. Báez-Rodríguez, «Luminescent materials,» *Luminescent materials: natural and synthetic*, 2019.
- [39] X. L. C. P. F. Y. L. L. R. G. J. Z. L. W. Weizhuo Zhang, «CsPb(Br/Cl)3 Perovskite Nanocrystals with Bright Blue,» *Journal Nanomaterials*, p. 12, 2022.

- [40] Y. Y. Z. H. L. G. C. L. H. Z. W. Y. Q. Rui Zhang, «Improving the Mn²⁺ emission and stability of CsPb(Cl/Br)₃,» *Electronic materials*, p. 14, 2021.
- [41] H. H. Y. Z. M. C. L. W. D. Y. Y. J. F. S. Q. Z. Qi Pan, «Microwave-assisted synthesis of high-quality,» *Journal of Materials Chemistry C*, p. 9, 2017.
- [42] Z. D. P. B. C. C. F. D. S. R. B. Javad Shamsi, «Colloidal Synthesis of Quantum Confined Single Crystal CsPbBr₃,» *Journal of the American Chemical Society*, p. 4, 2017.
- [43] Z. Y. S. Z. W. H. Y. M. W. X. Y. S. X. Xiangzhou Lao, «Luminescence and Thermal Behaviors of Free and Trapped Excitons in Cesium Lead Halide,» *Royal Society of Chemistry*, p. 23, 2018.
- [44] S. S. T. L.-L. J. M. R. D. I. R. Diego Esparza, «Light-Induced Effects on Crystal Size and Photo-Stability of Colloidal,» *Materials Research Express*, p. 18, 2019.
- [45] M. P. Z. W. M. C. W. L. Y. S. Fan Sui, «Quantum yield enhancement of Mn-doped CsPbCl₃ perovskite nanocrystals,» *El Silver*, 2020.
- [46] Y. X. H. F. W. L. Longfei Lv, «Generalized colloidal synthesis of high-quality, two-dimensional,» *The Royal Society of Chemistry*, p. 9, 2020.
- [47] Z. H. B. H. Y. D. Y. Z. Han Hu, «Intermediate phase-assisted solution preparation of two dimensional,» *Journal of Colloid and Interface Science*, p. 8, 16 Julio 2019.
- [48] H. F. C. P. N. M. Y. a. H. A. V. S. Hernandez, *Fundamentos de cristalografía*, Elizcom Sas, 2006.
- [49] J. I. C. Penagos, *Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM)*, Elementos 3.3, 2013.
- [50] F. S. a. I. d. I. A. P. E. Martínez Osorio, *Calibración de un espectrofotómetro UV-Visible y Evaluación de la incertidumbre*, Doctoral dissertation, 2009.
- [51] J. J. Barreiro Chirivella, *Implementación de técnicas de caracterización de materiales fotoluminiscentes.*, 2016.