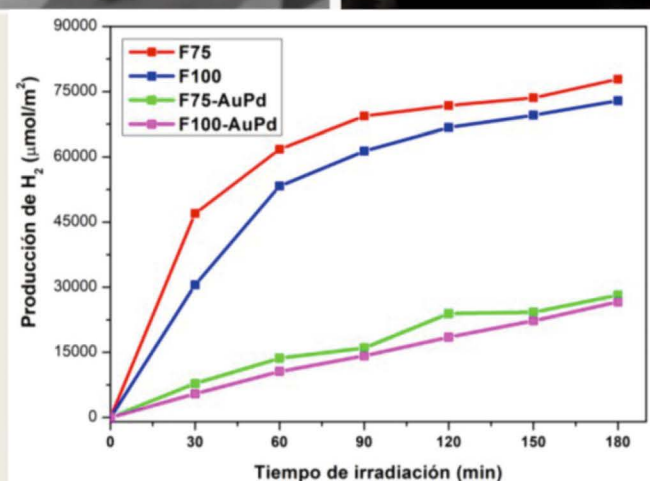
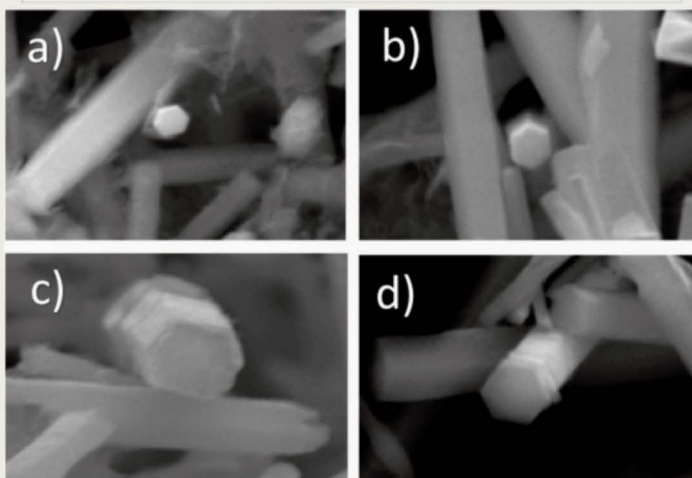
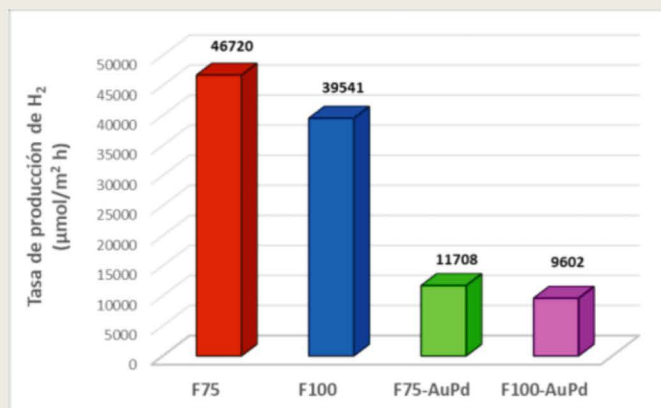




UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN





UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

Una publicación de la
Universidad Autónoma de Nuevo León

Comité de la revista Química Hoy Chemistry Sciences

Dr. Santos Guzmán López
Rector

Dr. Juan Paura García
Secretaría General

Dr. Celso Garza Acuña
Secretario de Extensión y Cultura

Lic. Antonio Ramos Revilla
Director de Editorial Universitaria

Dra. Argelia Vargas Moreno
Director de la Facultad de Ciencias Químicas

Dra. Idalia Gómez de la Fuente
Editor Responsable

Dra. Yolanda Peña Méndez
Co-Editor Responsable

CONSEJO EDITORIAL
Dr. Manuel Quevedo López
University of Texas at Dallas.

Dr. Sergio Alberto Gamboa Sánchez
Instituto de Energías Renovables, UNAM

Dr. Miguel José Yacamán
University of Texas at San Antonio

COMITÉ EDITORIAL
Dr. Tomás C. Hernández García
Dra. Shadai Lugo Loredo

COMITÉ EDITORIAL INVITADO
Dra. Raquel Murillo Ortiz
M.C. Saraí Lucía Romo Ávila

REDACCIÓN
Cristian Jared Zapata Rangel
Alejandra Gamboa Peña
Patricia Alejandra De León Hernández

DISEÑO
Lic. Edgar Eduardo Rodríguez Martínez

Química Hoy Chemistry Sciences, Volumen 14, Nº 2, Abril - Junio, 2025. Fecha de publicación: 31 de Julio del 2025. Revista trimestral, editada y publicada por la Universidad Autónoma de Nuevo León, a través de la Facultad de Ciencias Químicas. Domicilio de la publicación: Edificio Redondo 3er. piso, FCQ-UANL, Av. Pedro de Alba S/N Cd. Universitaria, C.P. 66455, San Nicolás de los Garza, N. L. Tel. +52 81 83294000 Ext. 6240. Fax +52 81 83765375. Editor Responsable: María Idalia del Consuelo Gómez de la Fuente. Impresa por: Servicios Gráficos de la FCQ, Av. Pedro de Alba S/N Cd. Universitaria, C.P. 66400, San Nicolás de los Garza, N. L. Fecha de terminación de impresión: 18/06/2024. Tiraje: 500 ejemplares. Distribuido por: Universidad Autónoma de Nuevo León, a través de la Facultad de Ciencias Químicas, Alfonso Reyes 4000 norte 5° piso, San Nicolás de los Garza, N.L., México, C.P. 64440.

Número de reserva de derechos al uso exclusivo del título Química Hoy Chemistry Sciences otorgada por el Instituto Nacional del Derecho de Autor: 04-2022-072116514500-102, de fecha 18 de noviembre de 2009. Número de certificado de licitud de título y contenido 14,920 de fecha 23 de Agosto de 2010, concedido ante la Comisión Calificadora de Publicaciones y Revistas Ilustradas de la Secretaría de Gobernación. ISSN 2007-1183. Registro de marca ante el Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial No. 1,182,083.

Las opiniones y contenidos expresados en los artículos son responsabilidad exclusiva de los autores.

Prohibida su reproducción total o parcial, en cualquier forma o medio, del contenido editorial de este número.

Impreso en México
Todos los derechos reservados
©Copyright 2025

revista.quimicahoy@uanl.mx

Contenido

Abril - Junio, 2025, Vol. 14, No. 2

- 1 Producción fotocatalítica de H₂ bajo irradiación solar simulada, utilizando películas de Fe₂O₃ sintetizadas por SILAR y decoradas con nanopartículas de AuPd
Sergio D. López-Martínez, Ingrid X. González-Betancourt, Isaías Juárez-Ramírez
- 9 Análisis cuantitativo de la morfología de nanorods de ZnO sintetizados hidrotermalmente en función del tiempo de reacción
Francisco Javier Cañedo Lizárraga, Eduardo Pérez-Tijerina, Abel Fundora Cruz, Mitchel Abraham Ruiz Robles, María de Jesús Martínez-Carreón y Deyani Nocedo-Mena
- 14 Control por Modo Deslizante Super-Twisting en Reactores Continuos de Tanque Agitado
Abraham Efraím Rodríguez-Mata, Pablo Antonio Perez-Lopez, Victor Alejandro Gonzalez-Huitron, Ricardo E. Lozoya Ponce, Raymundo Soto-Soto, Eduardo Jiménez López
- 25 Evaluation of Airborne Microbial Contamination in Chemistry Faculty Laboratories at Universidad Autónoma de Nuevo León
Ricardo García-Luis, Pilar del Carmen Morales-San Claudio, Jacob Josafat Salazar-Rábago, Adriana Karina Leura-Vicencio



Producción fotocatalítica de H₂ bajo irradiación solar simulada, utilizando películas de Fe₂O₃ sintetizadas por SILAR y decoradas con nanopartículas de AuPd

Sergio D. López-Martínez ^{a*}, Ingrid X. González-Betancourt. ^b, Isaías Juárez-Ramírez ^c

^aUniversidad Autónoma de Nuevo León (UANL), Facultad de Ciencias Químicas (FCQ), Departamento de Ingeniería Química e Ingeniería Ambiental. Ciudad Universitaria S/N, San Nicolás de los Garza, N.L. México. C.P. 66455. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2724-2029> * email: slopezmr@uanl.edu.mx.

^bUniversidad Autónoma de Nuevo León (UANL), Facultad de Ciencias Químicas (FCQ), Departamento de Ingeniería Química e Ingeniería Ambiental. Ciudad Universitaria S/N, San Nicolás de los Garza, N.L. México. C.P. 66455.

^cUniversidad Autónoma de Nuevo León (UANL), Facultad de Ingeniería Civil (FIC), Departamento de Ecomateriales y Energía. Ciudad Universitaria S/N, San Nicolás de los Garza, N.L. México. C.P. 66455. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4754-6409>

Recibido 01 de junio 2025, Aceptado 30 junio 2025

Resumen

Este estudio describe la síntesis de películas delgadas de Fe₂O₃ mediante el método de adsorción y reacción sucesiva de capas iónicas (SILAR) y explora su rendimiento en la producción fotocatalítica de hidrógeno bajo luz solar simulada. Se examinó sistemáticamente la influencia de los ciclos de deposición y la calcinación posterior a la deposición. Además, las películas de Fe₂O₃ fueron decoradas con nanopartículas de oro-paladio (AuPd) mediante deposición física en fase vapor (PVD) para usadas como cocatalizadores. Se evaluaron las propiedades ópticas, morfológicas y fotoluminiscentes junto con las tasas de producción de H₂. Los resultados indicaron que las películas de Fe₂O₃ sin cocatalizador superaron a sus homólogas decoradas con AuPd, lo que sugiere un efecto negativo debido la carga excesiva de cocatalizador, probablemente debido al enmascaramiento del sitio activo y al aumento de la recombinación. Los resultados subrayan la necesidad de evaluar críticamente los tiempos de deposición del cocatalizador y destacan el potencial de las películas de Fe₂O₃ optimizadas para aplicaciones de energía limpia.

Palabras clave: películas delgadas Fe₂O₃, SILAR, fotocatalisis, producción de H₂, nanopartículas AuPd.

Abstract

This study describes the synthesis of Fe₂O₃ thin films using the successive layer adsorption and reaction (SILAR) method and explores their performance in photocatalytic hydrogen production under simulated sunlight. The influence of deposition cycles and post-deposition calcination was systematically examined. In addition, Fe₂O₃ films were decorated with gold-palladium (AuPd) nanoparticles used as cocatalysts by physical vapor deposition (PVD). Optical, morphological, and photoluminescent properties were evaluated along with hydrogen production rates. Fe₂O₃ films without cocatalyst outperformed their AuPd-decorated counterparts, suggesting a negative effect due to excessive cocatalyst loading, likely due to active site masking and increased recombination. The results underscore the need to critically evaluate cocatalyst deposition times and highlight the potential of optimized Fe₂O₃ films for clean energy applications.

Keywords: Fe₂O₃ thin films, SILAR, photocatalysis, H₂ production, AuPd nanoparticles

1. Introducción

La creciente demanda de recursos naturales, en particular de combustibles fósiles, sigue intensificando el impacto medioambiental asociado al aumento de las emisiones de gases de efecto invernadero. Ante este panorama, los gobiernos, organizaciones civiles y el sector empresarial están colaborando para abordar la crisis climática buscando con ello una transición hacia un sistema energético más sostenible y que genere bajas emisiones de carbono. En este contexto, el sector energético debe someterse a una transformación significativa en todos los ámbitos para cumplir los

objetivos establecidos por los acuerdos internacionales sobre el clima, cuyo fin es limitar el aumento de la temperatura global por debajo de los 2 grados centígrados. Alcanzar este objetivo requiere una planificación estratégica para acelerar el desarrollo y el despliegue de tecnologías de energía limpia [1-3].

Con este fin, diversas estrategias se han centrado en el aprovechamiento de fuentes de energía renovables, como la eólica, la solar y la hidroeléctrica, estas han cobrado una importancia relevante en los últimos años debido a su reducido impacto medioambiental y su contribución en la generación de energía limpia [4-5]. Entre los

últimos avances tecnológicos, destaca la producción de H₂ mediante fotocatalisis como una opción viable, ya que debido a que el H₂ cuenta con un contenido energético superior al de los combustibles tradicionales. Por lo anterior, la tecnología de la fotocatalisis es capaz de aprovechar la luz, especialmente la energía solar, para facilitar las reacciones químicas que contribuyen a la generación de H₂ [6]. Una forma de aprovechar este proceso es mediante el uso de semiconductores que mediante reacciones de oxidación-reducción permitan llevar a cabo el rompimiento de la molécula del agua y posteriormente la producción de H₂ de forma limpia. A pesar de notables avances, en el área de la fotocatalisis el reto de aumentar la eficiencia de los fotocatalizadores sigue siendo un obstáculo fundamental en la transición hacia una economía basada en el H₂ [7-8].

Por lo anterior, diversos autores han reportado el uso de óxidos metálicos como: TiO₂, ZnO, SnO₂, SrO₂, CuO y Fe₂O₃, lo cual han atraído una considerable atención debido a su buen desempeño en sistemas fotocatalíticos [9-11]. Entre estos semiconductores, el Fe₂O₃ llama la atención debido a que es un semiconductor tipo n con un intervalo de valor de ancho de banda prohibida de 2.1 eV [12], lo que le permite activar bajo luz visible. Además, tiene una elevada estabilidad química, no es tóxico, y está disponible en la naturaleza [13]. Por otro lado, se han utilizado varios métodos para la síntesis de películas delgadas de Fe₂O₃, pero la mayoría de ellos son caros, complejos y difíciles de llevar a cabo. Entre los métodos utilizados para la deposición de Fe₂O₃ se encuentra el SILAR [14-15]. Esta técnica SILAR (Adsorción y Reacción Sucesiva de Capas Iónicas) ha sido reportada ampliamente, debido a que ofrece un control preciso tanto de la composición, así como del espesor. Estos parámetros se pueden ajustar sistemáticamente variando el número de ciclos y tiempo de deposición permitiendo la formación de películas estables y uniformes. Sus principales ventajas incluyen el crecimiento capa por capa, deposición a temperatura ambiente y su idoneidad para la deposición uniforme en grandes superficies por lo que permite la síntesis de una amplia variedad de materiales. [16-18].

Por otro lado, el uso de metales preciosos (Pt, Au y Pd) como cocatalizadores se ha investigado ampliamente como estrategia para mejorar el rendimiento fotocatalítico. Diversos estudios han demostrado que la adición de estos metales como cocatalizadores puede aumentar significativamente las velocidades de reacción y la eficiencia general en diversas aplicaciones fotocatalíticas [19-21].

Por lo anterior, en este estudio se depositaron películas de Fe₂O₃ utilizando la técnica SILAR y, posteriormente, se decoraron con partículas de AuPd para mejorar su actividad fotocatalítica para la producción de H₂ bajo irradiación solar simulada. Se investigó sistemáticamente la influencia del número de ciclos SILAR en las

propiedades ópticas, estructurales, morfológicas y composicionales de las películas de Fe₂O₃, junto con su correlación con la generación fotocatalítica de H₂.

2. Parte experimental

2.1 Síntesis de películas de Fe₂O₃

Primeramente, los sustratos de vidrio (20 × 40 × 1 mm) se limpiaron durante 10 minutos en un baño de ultrasonido con jabón para eliminar grasa y suciedad de la superficie. Posteriormente, se enjuagaron durante 10 minutos en una solución 1:1 de agua destilada y etanol. Tras un último enjuague con agua destilada, los sustratos se secaron a temperatura ambiente para prepararlos para la deposición SILAR.

El depósito de Fe₂O₃ sobre los sustratos se llevó a cabo utilizando una solución catiónica de 0.175 M FeCl₂·H₂O (Fermont, 98.2 %) en 5 mL de HCl y una solución aniónica de 0.35 M NaOH (Fermont). Los sustratos se sumergieron alternativamente en la solución de FeCl₂ durante 20 s y se enjuagaron en agua desionizada durante 10 s, luego se sumergieron en la solución de NaOH durante 20 s y se enjuagaron nuevamente durante 10 s. Las soluciones precursoras se renovaron cada 25 ciclos. El espesor de la película se ajustó realizando 75 o 100 ciclos SILAR. Después de la deposición, las películas fueron calcinadas en una mufla por 4 h en condiciones atmosféricas a 400 °C usando una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Por último, el cocatalizador AuPd se depositó mediante deposición física de vapor (PVD) siguiendo las condiciones descritas anteriormente por López et al. [22], utilizando una Denton Vacuum Desk IV con un target de 60 % en peso de Au y 40 % en peso de Pd durante 30 s.

Por otra parte, para facilitar la identificación de las muestras, estas fueron identificadas como: F75, F75–AuPd, F100 y F100–AuPd. La Tabla 1 presenta la descripción y los códigos de identificación para cada película.

Tabla 1. Códigos y descripciones completas de las películas utilizadas a lo largo de este trabajo.

Películas de Fe ₂ O ₃ , descripción	Código
75 ciclos SILAR	F75
75 ciclos SILAR decorada con AuPd	F75–AuPd
100 ciclos SILAR	F100
100 ciclos SILAR decorada con AuPd	F100–AuPd

2.2 Caracterización de las películas de Fe₂O₃

La caracterización estructural de las películas se realizó mediante difracción de rayos X (XRD). Esta se llevó a cabo utilizando un difractómetro Bruker, modelo D8 Advance, empleando una radiación CuK α , que tiene una longitud de onda (λ) de 1,5406 Å. La intensidad de la difracción se midió en función del ángulo de difracción

(2 θ). Las mediciones se tomaron entre 10° y 70°, con un tamaño de paso de 0.022°. La caracterización morfológica de la superficie se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) en un microscopio JEOL JSM-6490LV operado a un voltaje de aceleración de 25 kV. La determinación de los espectros de absorción de las películas se realizó mediante espectroscopia UV-Vis, utilizando un espectrofotómetro Agilent (Cary 5000 UV-VIS-NIR, Agilent Technologies). Para el análisis de fotoluminiscencia, se utilizó un espectrofotómetro de fluorescencia Agilent Cary Eclipse, que se ajustó a una longitud de onda de excitación de 254 nm, con las rendijas de excitación y emisión ajustadas a una anchura de 5 nm.

2.3 Evaluación fotocatalítica

Las pruebas de producción fotocatalítica de H₂ se llevaron a cabo en un reactor (vidrio Pyrex) tipo batch con una capacidad de 200 mL, con agua desionizada y agitación magnética. Antes de la reacción, el sistema se purgó con N₂ durante 5 minutos para eliminar el oxígeno disuelto. La fuente de irradiación utilizada fue un simulador solar de clase ABB (Oriol® Sol1A™) equipado con una lámpara de xenón de 450 W y un filtro AM 1,5 G, que proporcionaba una intensidad de 100 mW/cm² en el rango espectral de 300-800 nm. La distancia entre la fuente de luz y el reactor se mantuvo a 10 cm. La producción de H₂ se monitoreó utilizando un cromatógrafo de gases Shimadzu GC-2014 equipado con un detector de conductividad térmica (TCD) y una columna capilar de sílice de 30 m × 0.53 mm, utilizando N₂ como gas de acarreo. El seguimiento de la reacción se llevó a cabo cada 30 minutos durante un periodo de tiempo de reacción de 3 horas.

3. Resultados y discusión

3.1 Caracterización estructural

En la Fig. 1 se muestran los patrones de difracción de rayos X (XRD) de las películas multicapa de Fe₂O₃ depositadas sobre sustrato de vidrio utilizando el método SILAR. Los patrones de XRD indican que no hay picos característicos correspondientes a la fase del Fe₂O₃. De acuerdo con lo observado, las películas muestran una baja cristalinidad, lo que podría asociarse a la presencia de fases amorfas de Fe₂O₃, tal y como lo reportan P. M. Kulal et al. [23], esto provocado por un espesor de depósito fino o una temperatura de calcinación baja. Además, se observó un pico distintivo de la fase NaCl en 31,8° formada durante el proceso de enjuague en las muestras F75-AuPd, F100 y F100-AuPd, lo que podría atribuirse a los precursores utilizados (FeCl₂·H₂O y NaOH). No se detectaron picos característicos de la presencia de Au y Pd debido a las pequeñas cantidades depositadas.

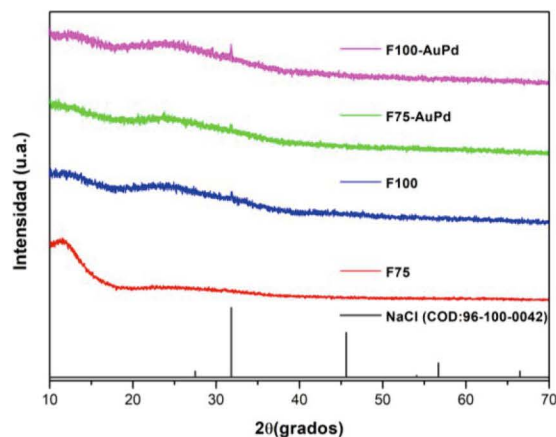


Fig. 1. Patrones XRD de las películas multicapa: F75, F100, F75-AuPd y F100-AuPd depositadas sobre sustratos de vidrio mediante el método SILAR.

3.2 Análisis de Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Las micrografías de las películas multicapa de Fe₂O₃ se presentan en la Fig 2. Antes del tratamiento térmico, la Fig. 2 a) y b) muestran que la morfología de la superficie de las partículas depositadas posee una estructura amorfa o poco cristalina. Después del tratamiento térmico a 400 °C en condiciones atmosféricas, las partículas depositadas presentan morfología forma irregular con tamaños de partícula menores a 5 μm con una distribución homogénea de estas en toda la superficie de la película (Fig. 2 c) y d). Estas imágenes concuerdan con lo reportado en la bibliografía, donde se indica que el tratamiento térmico controlado promueve la densificación, mejora la adhesión y ordena la estructura de las capas de óxido [24-26].

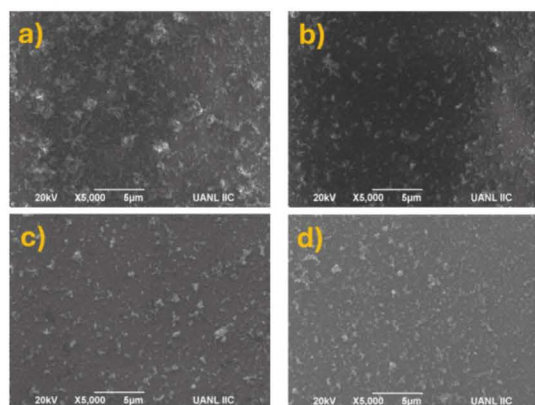


Fig. 2. Imágenes SEM de las películas de Fe₂O₃ sintetizadas a 75 y 100 ciclos antes del tratamiento térmico a 400 °C a) y b) y después del tratamiento térmico en condiciones atmosféricas c) y d)

3.3 Propiedades ópticas

La Fig. 3 muestra los espectros de absorción de las películas F75, F100, F75-AuPd and F100-AuPd bajo tratamiento térmico de 400 °C. Todas las muestras presentan una amplia absorción UV-Vis, con una banda de fotoabsorción pronunciada entre 300 y 600 nm; estas características se atribuyen a las especies Fe²⁺, cuyas interacciones electrónicas desplazan la absorción hacia la región visible [27]. En particular, la muestra F75-AuPd presenta la intensidad de pico más alta, mientras que la muestra F75, como era de esperar, una absorción óptica significativamente menor debido a su espesor.

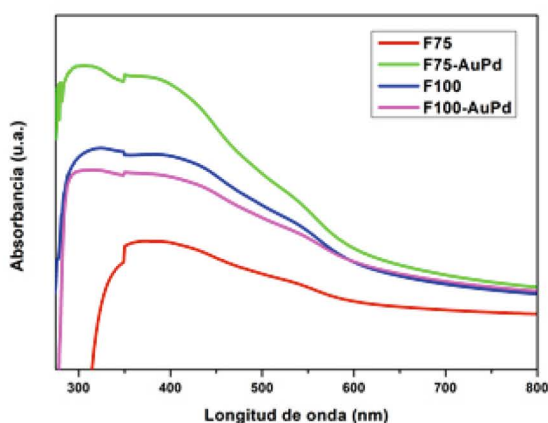


Fig. 3. Espectros de absorción de las películas F75, F75-AuPd, F100 y F100-AuPd bajo tratamiento de 400 °C y condiciones atmosféricas.

La Fig. 4 muestra el gráfico Tauc de reflectancia difusa UV-Vis [F(R)]. En él, la energía de banda prohibida (E_g) se determinó extrapolando la parte lineal de la curva al eje de energía fotónica. Los valores E_g calculados para las muestras F75, F75-AuPd, F100 y F100-AuPd son 2,35, 2,32, 2,10 y 2,14 eV, respectivamente, y estos resultados son coherentes con los encontrados en la bibliografía [28-30]. Esto significa que todas las muestras podrían estimularse bajo irradiación de luz visible para mostrar su mejor actividad fotocatalítica. La Tabla 2 muestra los valores de E_g del Fe₂O₃ y las películas preparadas.

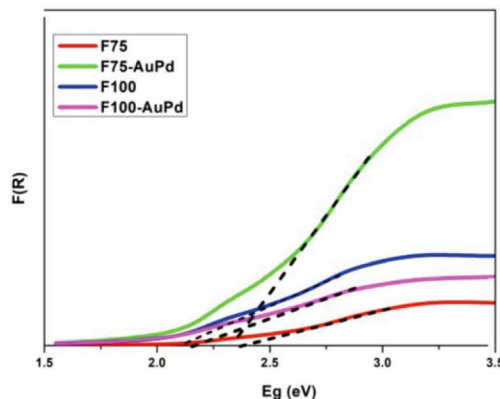


Fig. 4. Espectroscopia de reflectancia difusa, F(R) vs Eg (eV) de las películas F75, F75-AuPd, F100 y F100-AuPd sometidas a tratamiento térmico a 400 °C y en condiciones atmosféricas.

Tabla 2. Valores de E_g de películas de Fe₂O₃ preparadas mediante el método SILAR en diferentes ciclos.

Película de Fe ₂ O ₃	Band gap, E _g (eV)
F75	2.35
F75-AuPd	2.32
F100	2.10
F100-AuPd	2.14

La Fig. 5 muestra los espectros de fotoluminiscencia (PL) de las películas identificadas como: F75, F100, F75-AuPd and F100-AuPd (a) 75 y (b) 100 ciclos por el método SILAR y excitadas a 254 nm. Los picos de emisión PL observados a 628 nm coinciden en todas las muestras. La deposición de AuPd induce a una disminución pronunciada en los espectros de PL, lo que indica una mejor separación de los portadores de carga fotogenerados. Dado que la emisión de PL se produce a partir de la radiación proveniente de la recombinación del par hueco-electrón, una menor intensidad se correlaciona con menores pérdidas por recombinación y, por lo tanto, con una mejor actividad fotocatalítica [31-32]. Este comportamiento espectral de emisión implica que las nanopartículas de AuPd actúan como trampas de electrones, suprimiendo la recombinación y, en consecuencia, mejorando la actividad fotocatalítica, esto de acuerdo con reportes previos [33-34].

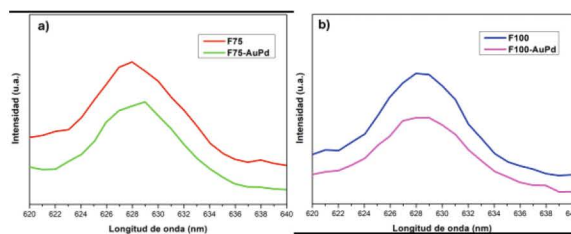


Fig. 5. Espectros de fotoluminiscencia de a) F75, F75-AuPd; b) F100 y F100-AuPd sobre vidrio excitados a 254 nm.

3.4 Producción fotocatalítica de H₂

La Fig. 6. muestra las curvas de producción de H₂ ($\mu\text{mol}/\text{m}^2$) vs. tiempo de irradiación (min) de las películas de F75, F100, F75-AuPd and F100-AuPd bajo luz solar simulada. De acuerdo con los resultados, F75 es la película con la mayor producción de H₂, con 77 849 $\mu\text{mol}/\text{m}^2$, seguida de F100-AuPd, con 72 895 $\mu\text{mol}/\text{m}^2$, F75-AuPd, con 28 158 $\mu\text{mol}/\text{m}^2$, y F100-AuPd, con 26 616 $\mu\text{mol}/\text{m}^2$. Estos resultados sugieren que la presencia de nanopartículas de AuPd está disminuyendo el número de sitios activos accesibles en la superficie de Fe₂O₃ debido a la sobresaturación del AuPd en la superficie. Lo que puede reducir las regiones fotocatalíticamente activas, dificultando la transferencia de carga y reduciendo la producción de H₂. Se ha descrito un comportamiento similar en otros estudios, en los que la deposición excesiva de cocatalizador dio lugar a una disminución del rendimiento fotocatalítico debido a la pasivación de la superficie y al aumento de la recombinación de cargas [35-37].

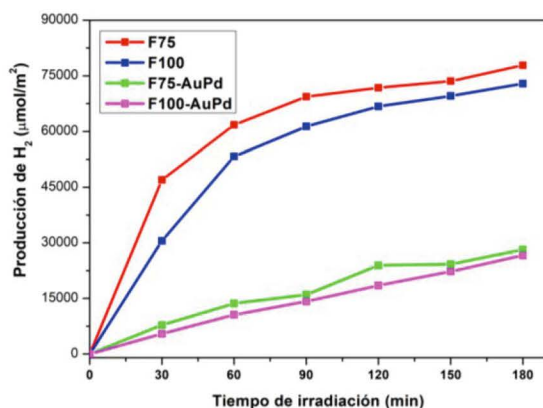


Fig. 6. Producción fotocatalítica de H₂ usando las películas: F75, F75-AuPd; F100 y F100-AuPd.

Un análisis comparativo de las tasas de producción de hidrógeno de las películas se presenta en la Fig. 7. Se puede observar una notable disminución luego de la incorporación de AuPd en las películas de Fe₂O₃. Donde las películas de Fe₂O₃ depositadas con 75 y 100 ciclos alcanzaron tasas de producción de H₂ de 46 720 y 39 541 $\mu\text{mol}/\text{m}^2\cdot\text{h}$, respectivamente. Por el contrario, las películas con AuPd (F75-AuPd y F100-AuPd) mostraron tasas significativamente más bajas, de 11 708 y 9602 $\mu\text{mol}/\text{m}^2\cdot\text{h}$. Estos valores representan una disminución de la tasa de producción de H₂ de aproximadamente el 75 %, ya que la presencia de AuPd no mejora el rendimiento fotocatalítico del Fe₂O₃, sino que, por el contrario, inhibe la producción de H₂.

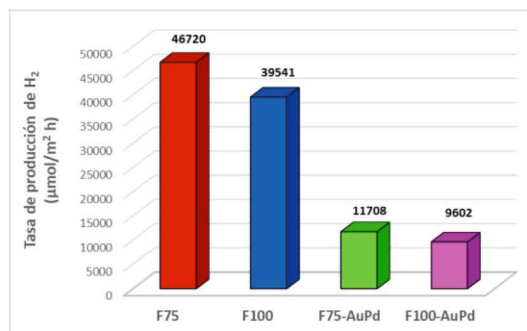


Fig. 7. Tasa de producción de H₂ bajo luz solar simulada utilizando películas F75, F75-AuPd, F100 y F100-AuPd.

La Tabla 3 presenta una comparación de las tasas de producción de H₂ registradas para diversos sistemas fotocatalíticos que emplean Fe₂O₃ como material activo. De acuerdo con los datos, las películas de Fe₂O₃ y Fe₂O₃-AuPd sintetizadas mediante el método SILAR muestran un rendimiento fotocatalítico superior en comparación con otros sistemas reportados en la bibliografía.

Tabla 3. Comparación de sistemas fotocatalíticos que utilizan Fe₂O₃ como material activo.

Fotocatalizador	Producción de H ₂ / tiempo	Condiciones experimentales	Referencia
Fe ₂ O ₃ 75 ciclos por SILAR	77,849 $\mu\text{mol}/\text{m}^2$	Proceso fotocatalítico. Simulador de luz solar 450 W Xe.	Este trabajo
$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2\text{-Pd}$	3490.45 $\mu\text{mol}/\text{h g}$	Se utilizaron como fuentes de luz una lámpara UV de 300 W y lámparas de mercurio de luz visible (250 W, $\lambda \geq 420 \text{ nm}$). Se utilizó como agente de sacrificio metanol: agua = 30:70 v/v.	38
Fe ₂ O ₃ (polvo)	27.13 $\mu\text{mol}/3 \text{ h}$	Lámpara Xe (AM 1.5). Na ₂ SO ₃ , utilizado como agente de sacrificio.	39
$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{arcilla}$ (polvo)	$\approx 120 \mu\text{mol}/10 \text{ min}$	Fuente de luz (tres lámparas de tungsteno, 200 W). El polvo se dispersó en 200 cm ³ de solución de Na ₂ SO ₃ a pH alcalino.	40
$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ (polvo)	1.25 $\mu\text{mol}/\text{h}$	Se utilizó una lámpara de mercurio de 250 W. Empleando un agente de sacrificio, metanol: agua (30:70 v/v).	41

4. Conclusiones

Este estudio destaca el potencial de las películas de Fe₂O₃ sintetizadas mediante el método de adsorción y reacción sucesiva de capas iónicas (SILAR) como fotocatalizadores viables para la producción de H₂ bajo irradiación solar simulada. Se observó que la calcinación mejora aún más la homogeneidad cristalina y superficial, lo que favorece una mejor absorción de la luz. Los resultados de producción de H₂ muestran que las películas de Fe₂O₃ depositadas con 75 ciclos (F75) presentan una producción fotocatalítica de H₂ mayor en comparación con las depositadas con 100 ciclos (F100).

Además, las películas modificadas con AuPd (F75-AuPd y F100-AuPd) mostraron una disminución

significativa de las tasas de producción de H₂. Este resultado se atribuye a la sobresaturación de los sitios activos debido a la presencia del cocatalizador, lo que provocó una disminución de la transferencia de carga en la superficie, aumentando la recombinación del par hueco-electrón, y disminuyendo la producción de H₂. En términos comparativos, las tasas de producción de H₂ alcanzadas con las películas de Fe₂O₃ sin recubrimiento preparadas en este estudio, superan las reportadas en varios sistemas basados en Fe₂O₃, lo que pone a este material en un papel prometedor en aplicaciones fotocatalíticas para la producción de H₂.

5. Agradecimientos

Los autores desean agradecer al Departamento de Ecomateriales y Energía de la Facultad de Ingeniería Civil de la Universidad Autónoma de Nuevo León (UANL) por su apoyo en la caracterización de las muestras y por el uso del sistema fotocatalítico de H₂.

6. Referencias

- [1] Aye Thiri, M., Tamás Borsi, M. (2024). From Fukushima to fossil fuels: Carbon emissions, climate narratives, and grassroots movements in Japan's energy transition. *Energy Research & Social Science*, 112, 103520. <https://doi.org/10.1016/j.erss.2024.103520>
- [2] Teng Wang, Z., Zeng, S., Khan, Z., (2024). Impact of sustainable energy, fossil fuels and green finance on ecosystem: Evidence from China. *Heliyon*, 10: e36712. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e36712>
- [3] Wang, J., Azam, W., (2024). Natural resource scarcity, fossil fuel energy consumption, and total greenhouse gas emissions in top emitting countries. *Geoscience Frontiers* 15, 101757. <https://doi.org/10.1016/j.gsf.2023.101757>
- [4] Serag, S., Echchel, A., Morrone, B. (2024). Hydroelectric and Hydrogen Storage Systems for Electric Energy Produced from Renewable Energy Sources, *Energy Engineering*, 121, 2719–2741. <https://doi.org/10.32604/ee.2024.054424>
- [5] Cruz Ake, S., Ortiz Arango, F., García Ruiz, R. S. (2024). Possible paths for Mexico's electricity system in the clean energy transition. *Utilities Policy*, 87, 101716. <https://doi.org/10.1016/j.jup.2024.101716>
- [6] Huang, C.W, Nguyen, B.S, Wu, J. C.S., Nguyen, V.H. (2020). A current perspective for photocatalysis towards the hydrogen production from biomass-derived organic substances and water. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45, 18144–118159. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.08.121>
- [7] Sun, W., Zheng, Y., Zhu, J., (2023). A “win-win” photocatalysis: coupling hydrogen production with the synthesis of high value-added organic chemicals. *Materials Today Sustainability*, 23, 100465. <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2023.100465>
- [8] Cheng, G., Liu, X., Xiong, J. (2024) Recent advances in coupling pollutants degradation with hydrogen production by semiconductor photocatalysis. *Chemical Engineering Journal*, 501, 157491. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2024.157491>
- [9] Sahu, S. K., Palai, A., Sahu, D. (2024) Photocatalytic applications of metal oxide-based nanocomposites for sustainable environmental remediation. *Sustainable Chemistry for the Environment*, 8, 100162. <https://doi.org/10.1016/j.scenv.2024.100162>
- [10] Tejashwini, D.M., Harini, H.V., Nagaswarupa, H.P., Naik, R., Deshmukh, V.V., Basavaraju, N., (2023). An in-depth exploration of eco-friendly synthesis methods for metal oxide nanoparticles and their role in photocatalysis for industrial dye degradation. *Chemical Physics Impact*, 7, 100355. <https://doi.org/10.1016/j.chphi.2023.100355>
- [11] Patwa, R., Rohilla, S., Saini, J., Goel, N., (2025). Structural and spectroscopy analysis of nanocomposites of metal oxide ZnO/CuO/Ag by coprecipitation: Potential application in photocatalysis. *Ceramics International*, 51, 14047. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2025.01.242>
- [12] Aleksanyan, M., Sayunts, A., Shahkhatuni, G., Simonyan, Z., Shahnazaryan, G., Aroutiounian, V., (2024). Fabrication and characterization of highly responsive hydrogen sensor based on Fe₂O₃: ZnO nanostructured thin film. *Measurement: Sensors*, 31, 100984. <https://doi.org/10.1016/j.measen.2023.100984>
- [13] Salari, M. A., Muğlu, G. M., Şenay, V., Sarıtaş, S., Kundakçı, M.. (2024). Analysis of optical, structural, and morphological properties of a Ti-doped α -Fe₂O₃ thin film produced through RF and DC magnetron Co-sputtering. *Ceramics International*, 50, 39221–39225. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.07.291>
- [14] Nejkar, T. M., Mulla, N. R., Patil, U. M., Dubal, D. P., Raghunath, S. Patil. (2024). SILAR synthesized α -Fe₂O₃ thin film anode for the development of all binder-free, high-performing Mg-ion asymmetric supercapacitors. *Journal of Energy Storage*, 99, 113443. <https://doi.org/10.1016/j.est.2024.113443>

- [15] Erken, O., (2022). Effect of cycle numbers on the structural, linear and nonlinear optical properties in Fe_2O_3 thin films deposited by SILAR method. *Current Applied Physics*, 34, 7–18. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2021.11.009>
- [16] Mulla, N. R., Patel, N., Bhosale, S. B., Patil, U. M., Patil, R. S. (2024). Morphologically tuned MnO_2 thin film electrodes prepared by growth kinetic dependent SILAR approach for high-performance extrinsic pseudocapacitors. *Journal of Alloys and Compounds*, 1006, 176261. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.176261>
- [17] Khan, M. T., Prasad, K. H., Khan, A., Shkir, M., (2024). Enhancement of photodetector performance of aluminum-doped zinc oxide thin films fabricated via SILAR method: Structural, optical, and electrical analysis. *Inorganic Chemistry Communications*, 169, 112973. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2024.112973>
- [18] Bagwade, P.P., Malavekar, D.B., Magdum, V.V., Khot, S.D., Nikam, R.P., Patil, D.J., Patil, U.M., Lokhande, C.D., (2023). Nanocrystalline cobalt tungstate thin films prepared by SILAR method for electrocatalytic oxygen evolution reaction. *International Journal of Hydrogen Energy*, 48, 8465–8477. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2022.11.090>
- [19] Bu, E., Chen, X., López-Cartes, C., Monzón, A., Delgado, J. J., (2024). Induced aggregates in photocatalysis: An unexplored approach to reduce the noble metal co-catalyst content. *Journal of Colloid and Interface Science*, 676, 1055–1067. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2024.07.028>
- [20] Capelo, A., Fattoruso, D., Valencia-Valero, L.C., Esteves, M.A., Rangel, C.M., Puga, A., (2025). Evolution of atomically dispersed co-catalysts during solar or UV photocatalysis for efficient and sustained H_2 production. *International Journal of Hydrogen Energy*, 103, 645–658. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2025.01.203>
- [21] Li, Q., Wang, C., Yao, H., He, C., Changfa Guo, C., Hu, Y., (2025). Cocatalysts for photocatalysis: Comprehensive insight into interfacial charge transfer mechanism by energy band theory. *Coordination Chemistry Reviews*, 535, 216652. <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2025.216652>
- [22] López-Martínez, S. D., Juárez-Ramírez, I., Torres-Martínez, L. M., Babar, P., Lokhande, A., Kim, J.H., (2018). SnS-AuPd thin films for hydrogen production under solar light simulation, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 361, 19–24. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2018.04.033>
- [23] Kulal, P.M., Dubal, D.P., Lokhande, C.D., V.J. Fulari, V.J. (2011). Chemical synthesis of Fe_2O_3 thin films for supercapacitor application. *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 2567–2571. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.11.091>
- [24] Abegunde, O. O., Makha, M., Larhlmi, H., Lahouij, M., Jaghar, N., Samih, Y., Busch, H., Alami, J., (2024). Effect of heat treatment on the thermal stability and properties evolution of TiAlPN thin film prepared by reactive HiPIMS. *Materials Chemistry and Physics*, 313, 128747. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.169818>
- [25] Fu, Y., Hu, S., Zhu, D., Chen, Z., Liu, D., (2025). Effect of thermal oxidation on microstructure and wear resistance of TiZrNb medium-entropy alloy. *Surface and Coatings Technology*, 497, 131724. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2024.131724>
- [26] Xu, J., Gao, C., Lu, L., Chen, R., Fu, C., Liu, Y., (2025). Study of the thermal oxidation of sputtered multi-layered TiN/Cu/TiN films. *Materials Today Nano*, 29, 100577. <https://doi.org/10.1016/j.mtnano.2025.100577>
- [27]. Alvarez-Bustos, D., Sanchez-Minero, F., Santes, V., Romero-Ibarra, I. C., de los Reyes Heredia, J. A., Rios-Escobedo, R., Tzompantzi-Morales, F., & Santolalla-Vargas, C. E. (2022). Synthesis and Evaluation of FeSX/TiO₂ for the Photocatalytic Degradation of Phenol under Visible-Light Region. *Catalysts*, 12, 457. <https://doi.org/10.3390/catal12050457>
- [28] Qayyum, H.A., Al-Kuhaili, M.F., Durrani, S.M.A., (2017). Investigation of fundamental and high order optical transitions in $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ thin films using surface barrier electro reflectance. *Superlattices and Microstructures*; 110, 98–107. <https://doi.org/10.1016/j.spmi.2017.08.057>
- [29] Sheik Fareed, S., Mythili, N., Vijayaprasath, G., Chandramohan, R., Ravi. G., (2018). $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Nanoparticles as a Byproduct from the Thin Film (SILAR) Deposition Process: A Study on the Product. *Materials Today: Proceedings*, 5, 20955–20965. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.06.485>
- [30] Tahir, D., Ilyas, S., Rahmat, R., Heryanto, H., Fahri, A.N., Rahmi, M.H., Abdullah, B., Hong, C.C., & Kang, H.J. (2021). Enhanced Visible-Light Absorption of Fe_2O_3 Covered by Activated Carbon for Multifunctional Purposes: Tuning the Structural, Electronic, Optical, and Magnetic Properties. *ACS Omega*; 6, 28334–28346. <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c04526>
- [31] Promdet, P., Quesada-Cabrera, R., Sathasivam, S., Li, J., Jiamprasertboon, A., Guo, J., Taylor, A., Claire J. Carmalt, C.J., & Parkin, I. P., (2019). High Defect Nanoscale ZnO

Films with Polar Facets for Enhanced Photocatalytic Performance. *ACS Applied Nano Materials*, 2, 2881–2889. <https://doi.org/10.1021/acsnm.9b00326>

[32] Alotaibi, A.M. Muayqil, E., Abass, N. A., Alhajji, M. A., Bubshait, A. A., Alhazmi, N. E., Almuqhim, A. A. (2024). Surface engineering of CuO-Cu₂O heterojunction thin films for improved photoelectrochemical water splitting. *Renewable Energy*, 235, 121326. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2024.121326>

[33] Zou Y., Shen, Y., Gao P., Wu T., Zhou Q., Liu L., Chen, X., Sun, S., An, Q., (2024). Enhanced selective photocatalytic CO₂ reduction to CO on AuPd decorated Bi₂O_{2.33} nanosheets. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 12, 112742. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2024.112742>

[34] Tao, X., Shao, L., Wang, R., Xiang, H., Li, B., (2019). Synthesis of BiVO₄ nanoflakes decorated with AuPd nanoparticles as selective oxidation photocatalysts. *Journal of Colloid and Interface Science*; 541, 300–311. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2019.01.108>

[35] Christoforidis, K. C., & Fornasiero, P., (2017). Photocatalytic Hydrogen Production: A Rift into the Future Energy Supply. *ChemCatChem*, 9, 1523–1544. <https://doi.org/10.1002/cctc.201601659>

[36] Chen, Y., Feng, X., Guo, X., Zheng, W., (2019). Toward a fundamental understanding of factors affecting the function of cocatalysts in photocatalytic water splitting. *Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry*, 17, 21–28. <https://doi.org/10.1016/j.cogsc.2019.01.002>

[37] Liu, Y., Sun, Z., Hang Hu.Y., (2021). Bimetallic cocatalysts for photocatalytic hydrogen production from water. *Chemical Engineering Journal* 409, 128250. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.128250>

[38] Bootluck, W., Chittrakam, T., Techato, K., (2022). S-Scheme α -Fe₂O₃/TiO₂ Photocatalyst with Pd Cocatalyst for Enhanced Photocatalytic H₂ Production Activity and Stability. *Catal Lett*, 152, 2590–2606. <https://doi.org/10.1007/s10562-021-03873-5>

[39] Lin, Z., Du, C., Yan B., & Yang. G., (2019). Amorphous Fe₂O₃ for photocatalytic hydrogen evolution. *Catal. Sci. Technol.*, 9, 5582–5592. <https://doi.org/10.1039/C9CY01621J>

[40] Mekatel, E., Trari, M., Nibou, D., Sebai, I., Amorkrane.S., (2019). Preparation and characterization of α -Fe₂O₃ supported clay as a novel photocatalyst for hydrogen

evolution. *International Journal of Hydrogen Energy*, 44, 10309–10315. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.03.007>

[41] Bootluck, W., Chittrakam, T., Techato, K., Khongnakorn, W., (2021). Modification of surface α -Fe₂O₃/TiO₂ photocatalyst nanocomposite with enhanced photocatalytic activity by Ar gas plasma treatment for hydrogen evolution. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9, 105660. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105660>



Análisis cuantitativo de la morfología de nanorods de ZnO sintetizados hidrotérmicamente en función del tiempo de reacción

Francisco Javier Cañedo Lizárraga^a, Eduardo Pérez-Tijerina^a, Abel Fundora Cruz^b, Mitchel Abraham Ruiz Robles^a, María de Jesús Martínez-Carreón^a y Deyani Nocedo-Mena^{a*} <https://orcid.org/0000-0001-8061-8609>

^a Laboratorio de Nanociencias y Nanotecnología, Universidad Autónoma de Nuevo León, Avenida Universidad s/n, San Nicolás de los Garza, México.

^b Instituto Superior de Tecnologías y Ciencias Aplicadas, Avenida Salvador Allende n.º 1110, La Habana, Cuba.

*deyani.nocedomn@uanl.edu.mx

Recibido 01 de junio 2025, Aceptado 30 junio 2025

Resumen

En el presente estudio se sintetizaron nanorods de óxido de zinc (NR-ZnO) mediante el método hidrotérmico a 90 °C, a diferentes tiempos de reacción (2, 3, 4 y 5 h) para evaluar cuantitativamente su evolución morfológica. La caracterización por FTIR confirmó la formación del óxido, mientras que las micrografías SEM evidenciaron nanorods homogéneos con geometría hexagonal típica de la fase wurtzita. A través de un flujo de análisis basado en los softwares *ImageJ* y *Origin* se determinaron parámetros morfométricos como longitud, diámetro y relación de aspecto, demostrando que el tiempo de reacción es un factor clave para controlar la morfología sin recurrir a técnicas de análisis más complejas. Estos resultados aportan información útil para optimizar la síntesis de NR-ZnO y orientar su incorporación en biomateriales con potencial en aplicaciones avanzadas.

Palabras clave: nanorods, síntesis hidrotérmica, análisis morfométrico, tiempo de reacción

Abstract

In this study, zinc oxide nanorods (NR-ZnO) were synthesized by the hydrothermal method at 90 °C with different reaction times (2, 3, 4, and 5 h) to quantitatively evaluate their morphological evolution. FTIR characterization confirmed the formation of the oxide, while SEM micrographs revealed homogeneous nanorods with hexagonal geometry typical of the wurtzite phase. Using an analysis workflow based on *ImageJ* and *Origin* software, morphometric parameters such as length, diameter, and aspect ratio were determined, demonstrating that reaction time is a key factor in controlling morphology without resorting to more complex analytical techniques. These findings provide useful information to optimize the synthesis of NR-ZnO and guide their incorporation into biomaterials with potential for advanced applications.

Keywords: nanorods, hydrothermal synthesis, morphometric analysis, reaction time

1. Introducción

La nanotecnología es un campo multidisciplinario de vanguardia con aplicaciones en los sectores ambiental, industrial, medicinal, agrícola y alimentario. Una de las propiedades más determinantes de las nanopartículas (NPs) es su tamaño, ya que condiciona directamente sus características físicas y químicas y, en consecuencia, su utilidad práctica. Pequeñas variaciones en el tamaño de las NPs pueden traducirse en alteraciones profundas de sus propiedades. Por ello, la caracterización y el análisis dimensional de nanoestructuras son esenciales para estimar su uso potencial, especialmente en aplicaciones con intenciones biológicas. Existen diversas técnicas para determinar el tamaño de las nanopartículas (NPs), las cuales pueden clasificarse según evalúen su dispersión en

un medio, su morfología en estado sólido o su estructura cristalina. Entre las más utilizadas se encuentran la dispersión dinámica de luz (DLS), la microscopía electrónica de transmisión (TEM), la microscopía de fuerza atómica (AFM) y la difracción de rayos X (XRD). No obstante, estas técnicas no siempre están disponibles en todos los entornos experimentales y, en algunos casos, los costos asociados a su implementación pueden resultar elevados [1, 2, 3, 4].

Por otro lado, dentro de las NPs inorgánicas, las de óxido de zinc (ZnO) han sido ampliamente estudiadas por sus propiedades fisicoquímicas, antimicrobianas, excelente biocompatibilidad y facilidad de funcionalización. Las rutas para su obtención son diversas, desde síntesis convencionales, enfoques verdes y métodos

físicos. La elección del método de síntesis suele responder a la aplicación prevista, ya que cada técnica produce partículas de ZnO con morfologías y tamaños diferentes [5].

El ZnO nanométrico exhibe un amplio repertorio morfológico (nanorods ó nanobarras, nanocables, nanotubos, nanoesferas, nanoagujas, tambores, nanoanillos, espirales, poliedros, flores, discos, placas y estrellas), y cada forma confiere propiedades fisicoquímicas específicas vinculadas a los mecanismos de síntesis reportados [6]. En particular, los nanorods de ZnO (NR-ZnO) se están consolidando como plataforma prometedora en bio-aplicaciones y dispositivos piezoeléctricos. Su morfología —en especial la relación longitud/diámetro (L/D)— impacta de manera directa en el desempeño, por lo que diversos estudios se han enfocado en ajustar las condiciones de síntesis para controlar estas dimensiones y optimizar la respuesta funcional [7].

En este estudio se sintetizaron NR-ZnO por vía hidrotérmica a diferentes tiempos de reacción (2, 3, 4 y 5 h), manteniendo constantes el resto de los parámetros de síntesis. La caracterización se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR). Se incluyó un flujo de análisis que combinó el software libre *ImageJ* y *Origin* para procesar las micrografías SEM y cuantificar longitud, diámetro y relación de aspecto, con el fin de evaluar el efecto del tiempo de reacción sobre la morfología de los nanorods.

2. Parte experimental

2.1 Reactivos

Hexametilentetramina (HMTA) ($(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$) y nitrato de zinc hexahidratado ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) se utilizaron como precursores. Ambos son de grado analítico, adquiridos en CTR Scientific™ (Monterrey, Nuevo León, México).

2.2 Síntesis y caracterización de nanorods

La síntesis hidrotérmica de nanorods de ZnO siguió la metodología desarrollada por el Laboratorio de Nanociencias y Nanotecnología de la Facultad de Ciencias Físico Matemáticas de la UANL, con ligeras modificaciones. HMTA y $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, fueron disueltos en agua desionizada por separado. Se prepararon ambas soluciones a una concentración de 0.01 mol/L, utilizando para la reacción una relación 1:1. Las síntesis ocurrieron en pequeños reactores sometidos a 90°C en un horno. Posteriormente las soluciones fueron centrifugadas, los pellets obtenidos fueron lavados cuidadosamente tres veces con agua destilada, para finalmente ser secados a 90°C durante 24 h [8]. Para estudiar la influencia del tiempo de reacción en la morfología de los nanorods, las síntesis se detuvieron en los intervalos de 2, 3, 4 y 5 horas.

Se realizó la caracterización por FTIR para determinar la presencia de grupos funcionales. Se utilizó el Thermo Scientific™ Nicolet™ iS50 FTIR (ISASA, Guanajuato, México), en modo de Reflectancia Total Atenuada (ATR), registrando la transmitancia en un rango de 4000 a 400 cm^{-1} . Se utilizó un microscopio electrónico de barrido (SEM) (JEOL Modelo: JSM-6390-LV) para caracterizar la morfología de las muestras.

2.3 Análisis cuantitativo

Las micrografías obtenidas fueron analizadas con el software libre *ImageJ*, para medir la longitud y diámetro de los nanorods. Los datos recolectados fueron procesados utilizando las herramientas estadísticas del software Origin (OriginLab, 2021) [2].

3. Resultados y discusión

3.1 Análisis por FTIR

Los espectros FTIR de los NR-ZnO sintetizados a diferentes tiempos de reacción (2, 3, 4 y 5 h) mostraron en todos los casos una banda intensa en $\sim 600 \text{ cm}^{-1}$, atribuida al estiramiento Zn–O característico de la estructura cristalina del ZnO. La persistencia de esta señal confirma la formación del óxido independientemente del tiempo de reacción. Asimismo, no se detectaron bandas adicionales que pudieran ser atribuibles a compuestos orgánicos en la región analizada, lo que sugiere la ausencia de residuos orgánicos tras la síntesis y el lavado. Esta asignación coincide con lo reportado en la literatura para nanopartículas y nanocristales de ZnO [9, 10].

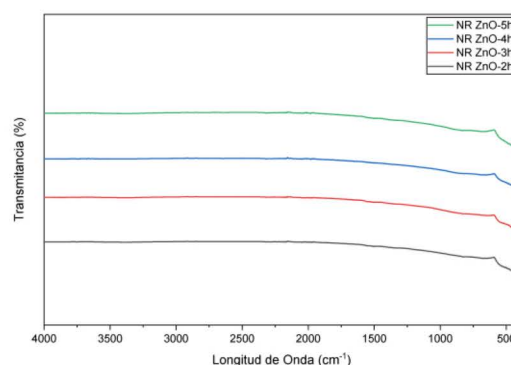


Figura 1: Espectro FTIR de NR-ZnO a diferentes tiempos de reacción.

3.2 Análisis de la morfología por SEM

Las micrografías de los NR-ZnO sintetizados a 2 h, 3 h, 4 h y 5 h se pueden apreciar en la Figura 2 (a-d). En todas las imágenes se aprecia una población homogénea de varillas con extremos bien definidos, indicando la correcta formación de los nanorods. No obstante, en la Figura 1ª, correspondiente a NR-ZnO-2h se puede apreciar algunos

precipitados secundarios, atribuibles a la presencia de precursores sin reaccionar. Se aprecia un aspecto más robusto de las nanobarras a partir de las 4 h de reacción.

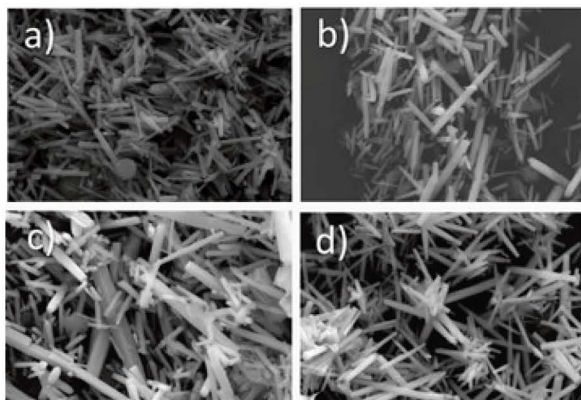


Figura 2. Imágenes SEM de NR-ZnO a x40,000 a diferentes tiempos de reacción: a) 2h, b) 3h, c) 4h y d) 5h.

En la Figura 3 (a-d) se aprecia que las nanobarras de ZnO presentan la geometría prismática hexagonal característica de la estructura cristalina tipo wurtzita, la cual se ha reportado ampliamente en la literatura como la fase más estable del ZnO a nivel nanométrico [11, 12]. Esta morfología es consistente con un crecimiento orientado a lo largo del eje cristalográfico c, favorecido por la minimización de energía superficial en las facetas {0001} [13]. Desde las 2 h de reacción se observan NRs bien formados, mostrando una formación temprana de núcleos.

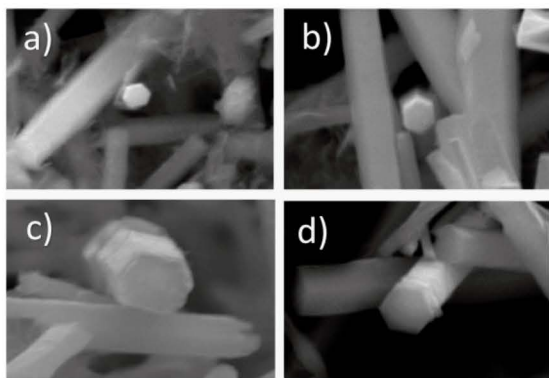


Figura 3. Imágenes SEM a x40,000 de la sección transversal de NR-ZnO a diferentes tiempos de reacción: a)2h, b)3h, c)4h y d)5h.

3.3 Análisis cuantitativo

Para el análisis cuantitativo se utilizó el software libre *ImageJ*. Se obtuvieron datos de longitudes y diámetros lo que permitió caracterizar la evolución morfológica de los NR-ZnO conforme el aumento del tiempo de reacción. Los histogramas de distribución de

longitud y de diámetro obtenidos se muestran en las Figuras 4 y 5, respectivamente. Se determinaron los valores promedio así como las desviaciones estándar correspondientes a cada condición de síntesis (Tabla 1).

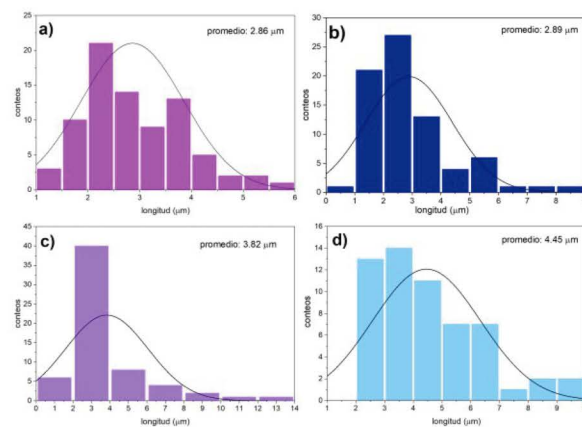


Figura 4: Histogramas de longitud: a) NR-ZnO-2h; b) NR-ZnO-3h; c) NR-ZnO-4h; d) NR-ZnO-5h.

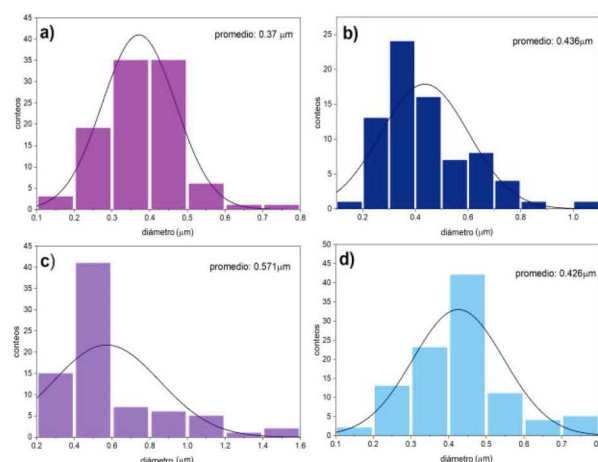


Figura 5: Histogramas de diámetros a) NR-ZnO-2h; b) NR-ZnO-3h; c) NR-ZnO-4h; d) NR-ZnO-5h.

Tabla 1: Parámetros morfométricos de las nanobarras de ZnO según el tiempo de reacción*

Tiempos de reacción	Longitud media (µm)	Diámetro medio (µm)	Relación de aspecto (L/D)
2h	2.86 ± 0.99	0.371 ± 0.097	7.709
3h	2.89 ± 1.50	0.436 ± 0.167	6.628
4h	3.82 ± 2.23	0.571 ± 0.283	2.181
5h	4.45 ± 1.88	0.426 ± 0.121	10.446

*valores promedio calculados a partir de micrografías SEM.

En la primera condición de síntesis, correspondiente a las 2h de reacción (a), los nanorods presentaron una longitud promedio de $2.86 \pm 0.99 \mu\text{m}$ y diámetro de $0.371 \pm 0.097 \mu\text{m}$. Los histogramas muestran distribuciones relativamente estrechas, lo que indica



que ya desde las primeras etapas de reacción se establece una nucleación consolidada, generando varillas homogéneas, bien definidas y con alta densidad superficial.

Tras 3h de síntesis (**b**), la longitud promedio apenas varió, mientras que el diámetro aumentó a $0.436 \pm 0.167 \mu\text{m}$. Los histogramas de espesor muestran un ensanchamiento en la distribución, lo que refleja una mayor heterogeneidad en el crecimiento radial. Esto sugiere que en esta etapa predomina el engrosamiento lateral sobre la elongación axial, posiblemente asociado a la mayor disponibilidad de iones Zn^{2+} y OH^- en la solución precursora, en concordancia con reportes previos sobre síntesis hidrotérmica [14, 15].

Respecto a las 4h de reacción (**c**), se observó un incremento significativo tanto en la longitud como en el espesor (Tabla 1). Los histogramas muestran una dispersión más amplia en ambos parámetros, lo que refleja un crecimiento simultáneo en ambas direcciones. Morfológicamente, las nanobarras exhiben facetas cristalinas más definidas, lo que indica un régimen de crecimiento controlado característico de la estructura wurtzita de ZnO, orientada preferentemente a lo largo del eje cristalográfico c [16].

Finalmente, a las 5h (**d**), los nanorods alcanzaron una longitud de $4.45 \pm 1.88 \mu\text{m}$, mientras que el espesor disminuyó ligeramente respecto al valor registrado a las 4h. Los histogramas corroboran una reducción en la dispersión de diámetros, lo que confirma un cambio hacia un crecimiento anisotrópico. Estos hallazgos concuerdan con estudios que indican que, si bien el tiempo de crecimiento puede influir en la longitud de las nanobarras, su diámetro se ve más afectado por otros factores [17].

Los resultados en el aumento de las dimensiones de las nanobarras conforme al tiempo concuerdan con Almarami y col. Esto autores realizaron un estudio similar para nanorods sintetizados a tiempos de crecimiento de 4, 6, 8, 10 y 12 h, obteniendo que los diámetros de los NR aumentaron con el aumento de los tiempos de crecimiento hidrotérmico. [18]. En sentido general, nuestros hallazgos contribuyen a la comprensión del crecimiento de NR-ZnO en condiciones hidrotérmicas y brindan información para su posible incorporación en biomateriales.

El enfoque empleado en este estudio fue efectivo para demostrar que el tiempo de reacción es un factor determinante en la evolución morfológica de los NR-ZnO. De manera general y en base a los resultados obtenidos, se pueden distinguir cuatro etapas: *i*) una nucleación temprana a las 2h con la generación de varillas homogéneas y definidas, *ii*) crecimiento radial a las 3h dado el aumento del diámetro con dispersión heterogénea, le sigue *iii*) un crecimiento robusto a las 4h, incremento de

longitud y espesor con mayor dispersión dimensional y, por último, *iv*) crecimiento axial a las 5h de reacción en el cual hay una elongación predominante con estabilización de la geometría hexagonal.

La obtención de NRs bien definidos desde 2h establece una duración mínima efectiva del proceso de síntesis que permite acortar ciclos, reducir los costos asociados al consumo energético y aumentar el rendimiento por lote en el laboratorio. Además, el poder confirmar la nucleación temprana habilita el ajuste morfológico por tiempo como único parámetro. Intervalos entre 2–3 h producen NRs más cortos, mientras que tiempos mayores a 3h favorecen mayores longitudes y, por ende, un coeficiente L/D más alto. Esto se considera de gran relevancia para aplicaciones en diversas áreas, como fotodetectores UV [19], sensores piezo/optoelectrónicos [20, 21, 22] y en procesos fotocatalíticos [23] donde la relación de aspecto condiciona las propiedades y el desempeño del sistema.

El flujo de trabajo desarrollado en esta investigación resultó efectivo para el seguimiento de la evolución morfológica de los nanorods. Esto está en correspondencia con el trabajo de Botasini donde el recuento manual mostró resultados sin diferencias significativas respecto al recuento automático por HR-TEM [3].

4. Conclusiones

En este estudio se sintetizaron nanorods de ZnO por vía hidrotérmica a 90°C variando el tiempo de reacción, lo que permitió evaluar cuantitativamente su evolución morfológica. El análisis SEM evidenció la formación uniforme de nanorods con geometría hexagonal, característica de la estructura wurtzita del ZnO. Mediante un flujo de análisis basado en procesamiento de imágenes se determinaron de manera rutinaria parámetros como longitud, diámetro y relación de aspecto, demostrando que el tiempo de reacción constituye un factor clave para controlar la morfología de los nanorods sin necesidad de recurrir a técnicas de análisis más complejas.

5. Agradecimientos

Nocedo-Mena agradece a SECIHTI bajo la Convocatoria 2024(1) de Estancias Posdoctorales Por México.

6. Referencias

1. Nocedo-Mena, D., & Kharissova, O. V. (2024). Nanoparticles derived from the *Cissus* genus and their antibacterial potential. *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, 22. <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2024.100967>
2. Zhang, S., & Wang, C. (2023). Precise Analysis of Nanoparticle Size Distribution in TEM Image. *Methods and Protocols*, 6(4). <https://doi.org/10.3390/mps6040063>

3. Botasini, S. (2021). Comparación del tamaño de nanopartículas de oro empleando diferentes técnicas y protocolos de medición. *Innotec*, 21, 10–24.
4. Hoo, C. M., Starostin, N., West, P., & Mecartney, M. L. (2008). A comparison of atomic force microscopy (AFM) and dynamic light scattering (DLS) methods to characterize nanoparticle size distributions. *Journal of Nanoparticle Research*, 10(S1), 89–96. <https://doi.org/10.1007/s11051-008-9435-7>
5. Zhou, X.-Q., Hayat, Z., Zhang, D.-D., Li, M.-Y., Hu, S., Wu, Q., Cao, Y.-F., & Yuan, Y. (2023). Zinc Oxide Nanoparticles: Synthesis, Characterization, Modification, and Applications in Food and Agriculture. *Processes*, 11(4). <https://doi.org/10.3390/pr11041193>
6. Sun, Y., Chen, L., Bao, Y., Zhang, Y., Wang, J., Fu, M., Wu, J., & Ye, D. (2016). The Applications of Morphology Controlled ZnO in Catalysis. *Catalysts*, 6(12). <https://doi.org/10.3390/catal6120188>
7. Abubakar, S., Tan, S. T., Liew, J. Y. C., Talib, Z. A., Sivasubramanian, R., Vaithilingam, C. A., Indira, S. S., Oh, W.-C., Siburian, R., Sagadevan, S., & Paiman, S. (2023). Controlled Growth of Semiconducting ZnO Nanorods for Piezoelectric Energy Harvesting-Based Nanogenerators. *Nanomaterials*, 13(6). <https://doi.org/10.3390/nano13061025>
8. Solís-Pomar, F., Martínez, E., Meléndrez, M. F., & Pérez-Tijerina, E. (2011). Growth of vertically aligned ZnO nanorods using textured ZnO films. *Nanoscale Research Letters*, 6, 1–11. <https://doi.org/10.1186/1556-276X-6-524>
9. Gharbia, N., Elsabbagh, S., Saleh, A., & Hafez, H. (2022). Green microwave synthesis of ZnO and CeO₂ nanorods for infectious diseases control and biomedical applications. *AMB Express*, 12(1). <https://doi.org/10.1186/s13568-022-01495-7>
10. Garg, R., Gupta, R., Singh, N., & Bansal, A. (2021). Characterization and performance evaluation of synthesized ZnO nanoflowers, nanorods, and their hybrid nanocomposites with graphene oxide for degradation of Orange G. *Environmental Science and Pollution Research*, 28(40), 57009–57029. <https://doi.org/10.1007/s11356-021-14511-3>
11. Hessien, M., Da'na, E., AL-Amer, K., & Khalaf, M. M. (2019). Nano ZnO (hexagonal wurtzite) of different shapes under various conditions: fabrication and characterization. *Materials Research Express*, 6(8). <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab1c21>
12. Kale, R. B. (2015). Dissolution–recrystallization and regrowth mechanism of hydrothermally derived six faceted prismatic hexagonal ZnO microrods. *Optik*, 126(11–12), 1109–1113. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2015.03.009>
13. Jedrecy, N., Sauvage-Simkin, M., & Pinchaux, R. (2000). The hexagonal polar ZnO(0001)-(1×1) surfaces: structural features as stemming from X-ray diffraction. *Applied Surface Science*, 162–163, 69–73. [https://doi.org/10.1016/S0169-4332\(00\)00172-0](https://doi.org/10.1016/S0169-4332(00)00172-0)
14. Chen, Y.-C., Cheng, H.-Y., Yang, C.-F., & Hsieh, Y.-T. (2014). Investigation of the Optimal Parameters in Hydrothermal Method for the Synthesis of ZnO Nanorods. *Journal of Nanomaterials*, 2014(1). <https://doi.org/10.1155/2014/430164>
15. Medina, A., Borjas, S. E., Martínez, P. G., Gonzalez, G., Bejar, L., Aguilar, C., & Bernal, J. L. (2015). Synthesis of Hexagonal Bar Shape of ZnO Particles by Using Hydrothermal Treatment. *Microscopy and Microanalysis*, 21(S3), 1029–1030. <https://doi.org/10.1017/S1431927615005942>
16. Baruah, S., & Dutta, J. (2009). Hydrothermal growth of ZnO nanostructures. *Science and Technology of Advanced Materials*, 10(1). <https://doi.org/10.1088/1468-6996/10/1/013001>
17. Fiedler, S., Ton-That, C., & Phillips, M. R. (2023). Defect-free ZnO nanorods with high angular distribution for enhanced excitonic emission. *Journal of Materials Research*, 38(8), 2145–2155. <https://doi.org/10.1557/s43578-023-00941-x>
18. Almamari, M. R., Ahmed, N. M., Holi, A. M., Yam, F. K., Kyaw, H. H., Almessiere, M. A., & Al-Abri, M. Z. (2022). Some Distinct Attributes of ZnO Nanorods Arrays: Effects of Varying Hydrothermal Growth Time. *Materials*, 15(17). <https://doi.org/10.3390/ma15175827>
19. Abdulrahman, A. F., Abd-Alghafour, N. M., & Almessiere, M. A. (2023). A high responsivity, fast response time of ZnO nanorods UV photodetector with annealing time process. *Optical Materials*, 141. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2023.113869>
20. Kim, H. G., Kim, E. H., & Kim, S. S. (2021). Growth of ZnO Nanorods on ITO Film for Piezoelectric Nanogenerators. *Materials*, 14(6). <https://doi.org/10.3390/ma14061461>
21. Bakry, M., Ismail, W., Abdelfatah, M., & El-Shaer, A. (2024). Low-cost fabrication methods of ZnO nanorods and their physical and photoelectrochemical properties for optoelectronic applications. *Scientific Reports*, 14(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-024-73352-5>
22. Lin, Y.-H., Sivakumar, C., Balraj, B., Murugesan, G., Nagarajan, S. K., & Ho, M.-S. (2023). Ag-Decorated Vertically Aligned ZnO Nanorods for Non-Enzymatic Glucose Sensor Applications. *Nanomaterials*, 13(4). <https://doi.org/10.3390/nano13040754>
23. Zhu, Y., Yan, J., Zhou, L., & Feng, L. (2022). ZnO Nanorods Grown on Rhombic ZnO Microrods for Enhanced Photocatalytic Activity. *Nanomaterials*, 12(17). <https://doi.org/10.3390/nano12173085>

Control por Modo Deslizante Super-Twisting en Reactores Continuos de Tanque Agitado

Abraham Efraim Rodríguez-Mata^a, Pablo Antonio Pérez-López^b, Victor Alejandro González-Huitron^c, Ricardo E. Lozoya Ponce^a, Raymundo Soto-Soto^d, Eduardo Jiménez López^e

^aTecnológico Nacional de México – Instituto Tecnológico de Chihuahua, Av. Tecnológico 2909, Tecnológico 31200, Chihuahua, Chihuahua, México. abraham.rm@chihuahua.tecnm.mx, 0000-0002-0262-420X, ricardo.lp@chihuahua.tecnm.mx, 000-0001-9927-2011.

^bEscuela Superior de Apan, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Carretera Apan -Calpulalpan, Km. 8., Chimalpa 43900, Mexico. pablo_lopez@uaeh.edu.mx, 0000-0001-7534-2142

^cTecnológico Nacional de México – Instituto Tecnológico de Querétaro, Av Tecnológico S/N, Centro Histórico, Centro, 76000 Santiago de Querétaro, Qro. Victor.gh@queretaro.tecnm.mx, 0000-0003-0426-0515

^dUniversidad Tecnológica de México – UNITEC MEXICO, Campus Ecatepec, Ecatepec de Morelos, Estado de México, México. raymundo.soto.soto@hotmail.com 0000-0002-6199-4788

^eCentro de Investigación y Estudios Avanzados de la Población, Universidad Autónoma del Estado de México, Paseo Tollocan S/N. Zona Universitaria, Toluca, México, ejimenezl@uaemex.mx, 0000-0002-1883-3890.

Recibido 01 de junio 2025, Aceptado 30 junio 2025

Resumen

En este trabajo, se presenta un controlador por modo deslizante Super-Twisting en tiempo continuo (ST-SMC) con el fin de regular la temperatura y concentración en un reactor continuo de tanque agitado (CSTR). La metodología propuesta mejora la robustez y la suavidad de la señal de control usando un marco de estabilidad de Lyapunov y una estructura derivativa filtrada que atenúa oscilaciones sin afectar la convergencia en tiempo finito. A diferencia de los controladores PID y modos deslizantes clásicos, el diseño propuesto mantiene un seguimiento robusto ante incertidumbres paramétricas, no linealidades y perturbaciones no coincidentes. Las simulaciones en MATLAB–Simulink muestran reducciones de 42% en ISE, 37% en IAE y más del 80% en oscilaciones. El análisis de Lyapunov garantiza la estabilidad global y la convergencia en tiempo finito. Por lo tanto, la estrategia logra un equilibrio entre robustez, adaptabilidad y suavidad, constituyéndose como una alternativa sólida para la implementación en tiempo real en procesos termoquímicos no lineales, donde los controladores tradicionales no aseguran simultáneamente estabilidad y eficiencia energética.

Palabras clave: Control por Modo Deslizante Super-Twisting, Reactor Continuo de Tanque Agitado (CSTR), Estabilidad en Tiempo Finito, Diseño Basado en Lyapunov, Control de Procesos No Lineales.

Abstract

In this work, a continuous-time Super-Twisting Sliding Mode Controller (ST-SMC) is presented for regulating temperature and concentration in a Continuous Stirred-Tank Reactor (CSTR). The proposed methodology enhances robustness and smoothness of the control signal by using a Lyapunov-based stability framework and a filtered derivative structure that attenuates high-frequency oscillations without affecting finite-time convergence. Unlike PID controllers and classical sliding-mode schemes, the proposed design preserves robust tracking in the presence of parametric uncertainties, nonlinearities, and unmatched disturbances. MATLAB–Simulink simulations show reductions of 42% in ISE, 37% in IAE, and over 80% in oscillations. The Lyapunov analysis guarantees global stability and finite-time convergence. Therefore, the strategy achieves a balance between robustness, adaptability, and smoothness, making it a solid alternative for real-time implementation in nonlinear thermochemical processes, where traditional controllers do not simultaneously ensure stability and energy efficiency.

Keywords: Super-Twisting Sliding Mode Control, Continuous Stirred Tank Reactor (CSTR), Finite-Time Stability, Lyapunov-Based Design, Nonlinear Process Control

1. Introducción

El reactor continuo de tanque agitado (CSTR, por su acrónimo en inglés) representa un paradigma para la investigación del control no lineal de procesos químicos, debido a: un robusto acoplamiento térmico, existencia de

diversos estados estacionarios y propensión a inestabilidad térmica frente a perturbaciones externas. Estas propiedades lo hacen atractivo como una plataforma para la validación de estrategias de control robusto, adaptativo y no lineal bajo condiciones reales [1–3].

A lo largo de décadas, el control proporcional-integral-derivativo (PID) se ha mantenido en la práctica industrial debido a su sencillez, bajo costo computacional y relativa facilidad de sintonización. Sin embargo, su rendimiento experimenta una degradación ante no linealidades o incertidumbres estructurales. Matušů, Ťenol y Pekař [1] han elaborado un robusto método de control PI para plantas intervalares, empleando el locus de estabilidad y el teorema de las dieciséis plantas, asegurando márgenes de ganancia y fase frente a variaciones paramétricas. Simorgh, Razminia y Shiryaev [2] tuvieron progresos significativos en esta línea al concebir un controlador PID auto calibrado para un CSTR no lineal identificado con datos experimentales contaminados por ruido, lo que resulta en mejoras de la estabilidad. Abougarair y Shashoa [5] desarrollaron un control adaptativo fundamentado en un modelo de referencia (MRAC) para la regulación de la temperatura en reactores no isotérmicos, resaltando la capacidad de seguimiento, combinado con una sensibilidad relevante frente a perturbaciones no aparentes.

Frente a las restricciones inherentes a las técnicas lineales, el control por modos deslizantes (SMC) se presentó como una alternativa sólida para sistemas con incertidumbre y dinámica vinculadas [3,6–8]. Siddiqui, Anwar y Laskar [3] realizaron una comparativa entre diversas estructuras de control implementadas en un CSTR con envolvente térmica, llegando a la conclusión de que el enfoque en cascada y el SMC proporcionaban el óptimo equilibrio entre rapidez y robustez. El SMC fue implementado por Czyżniewski y Łangowski [6] en el diseño de un observador robusto para sistemas bioquímicos, incorporando un CSTR, lo que resultó en una convergencia asintótica de los errores de estimación. En otro trabajo relacionado, el laboratorio LAEPT [8] realizó un esquema para el CSTR no isotérmico, asegurando estabilidad a través de LMIs.

En el trabajo presentado por Herrera, Camacho, Leiva y Smith [19] se implementó un control dinámico por modos deslizantes (DSMC), el cual es un aporte importante en el control de procesos químicos no lineales. Dicha propuesta amplió el concepto tradicional del SMC por medio de la integración de una derivada dinámica en la superficie deslizante, lo que disminuyó las oscilaciones y mejoró su resistencia frente a perturbaciones estructurales. Este modelo fue evaluado en simulaciones de reactores químicos, evidenciando una robusta estabilidad y un comportamiento suave de la señal de control. La robustez conceptual del DSMC de

Herrera et al. [19] estableció el fundamento teórico que llevó a diversas extensiones híbridas y de nivel superior.

En la propuesta de Vásquez, Yanasual, Herrera, Prado y Camacho [7] se incorpora una superficie PID no lineal en el DSMC, lo que resulta en una reducción del sobreimpulso en más del 80% y una disminución del 17% en el tiempo de asentamiento. Obando, Rojas, Ulloa y Camacho [10] expandieron el concepto mediante la implementación de un control dual-modo (DMSMC), integrando superficies PD y PID, lo cual posibilitó una mejora en el seguimiento de referencia sin comprometer su robustez. Mientras que Sindhuja, Panda, Velappan y Panda [4] diseñaron un controlador de modos deslizantes en tiempo finito (FSMC) con un filtro de Kalman cúbico optimizado (ACKF), lo que resultó en un RMSE de 7.26×10^{-5} mostrando su potencial aplicabilidad práctica en reactores CSTR.

El desarrollo de los modos deslizantes de orden superior (HOSMC) representó un avance conceptual significativo al atenuar oscilaciones y garantizar la convergencia en un tiempo finito. Hollweg et al. [11,13] desarrollaron controladores adaptativos Super-Twisting en tiempo discreto y continuo, asegurando la estabilidad Lyapunov en sistemas de fase no mínima. Gurumurthy y Das [15] extendieron estos progresos mediante la implementación de un observador adaptativo terminal (ATSMDO), el cual estima perturbaciones no modeladas en tiempo real. Ahmed et al. [16] implementaron el algoritmo Super-Twisting en la gestión MPPT de sistemas fotovoltaicos, evidenciando robustez energética en condiciones ambientales fluctuantes. Por otro lado, Lascu, Argeseanu y Blaabjerg [14] realizaron experimentos con un control Direct Torque Super-Twisting en motores de inducción, lo que resultó en un control suave y vibraciones mínimas.

En otro aporte, Charfeddine et al. [17] propusieron un control difuso SMC, optimizado mediante técnicas metaheurísticas, que combina una estabilidad no lineal con resistencia a perturbaciones. Xin et al. [18] emplearon un control de tipo “backstepping” adaptativo difuso con superficies dinámicas en un sistema acoplado de dos CSTR, evidenciando una estabilización interna y una disminución en el error de seguimiento. Petre, Selişteanu y Roman [9] trataron un problema sobre fermentación continua a través de estrategias adaptativas no lineales con observadores SMC. Por otro lado, Zhou, Wang y Liang [12] proporcionan una revisión exhaustiva del SMC en sistemas de control en red, resaltando su capacidad de adaptación frente a retardos y pérdidas de comunicación.

La importancia de los observadores en el marco contemporáneo del control no lineal ha sido subrayada en avances recientes. González, Salas-Peña y De León-Morales [20] diseñaron un observador Super-Twisting de alto orden para el control de altitud en drones (UAV por sus siglas en inglés), evidenciando que la interacción entre el observador y el controlador optimiza de manera significativa la eficiencia energética y la suavidad de la señal de control, un concepto que puede ser empleado directamente a procesos termoquímicos como el CSTR.

En nuestra propuesta, se sugiere un controlador Super-Twisting Sliding Mode (ST-SMC) diseñado específicamente para un CSTR no isotérmico de alta no linealidad, con el objetivo de asegurar seguimiento exacto, mayor resistencia ante incertidumbre y convergencia en tiempo finito con bajas oscilaciones y vibraciones. El aporte principal se centra en la incorporación de una ley de control Super-Twisting, complementada con un enfoque Lyapunov ampliado y un observador sólido, lo que ha logrado un equilibrio excepcional entre estabilidad, suavidad y rendimiento energético. Los resultados de la simulación efectuada con MATLAB-Simulink corroboran que el esquema sugerido sobrepasa las estrategias convencionales de control de PID, DSMC y SMC, estableciendo una nueva referencia en el control robusto de reactores químicos.

1. Problemática y modelo matemático

Los reactores no isotérmicos y no adiabáticos, constituyen uno de los sistemas más complejos de modelar y controlar en ingeniería química. Su comportamiento dinámico depende simultáneamente de fenómenos de transporte de masa, transferencia de calor y cinética de reacción, que interactúan de forma no lineal. En particular, la sensibilidad exponencial de la velocidad de reacción a la temperatura, descrita por la ecuación de Arrhenius, provoca que pequeñas variaciones térmicas generen grandes cambios en la conversión y en la estabilidad del sistema.

Desde la perspectiva del control automático, la principal dificultad radica en la naturaleza multivariable y subactuado del proceso: la temperatura del reactor, la concentración del reactivo y la temperatura del fluido en la envolvente térmica se encuentran acopladas, mientras que el único canal de control efectivo es el flujo energético aplicado a dicha envolvente. En este contexto, los enfoques lineales clásicos resultan insuficientes, y se requieren estrategias robustas capaces de compensar perturbaciones, incertidumbres paramétricas y efectos térmicos no modelados.

Los reactores no isotérmicos y no adiabáticos

presentan un fuerte acoplamiento entre la concentración C_A , la temperatura del reactor T y la temperatura de la envolvente térmica T_j . La única variable manipulada es la potencia térmica $u(t)$, aplicada a la envolvente. Este sistema subactuado requiere estrategias robustas para garantizar estabilidad térmica y precisión en la conversión química.

Se considera una reacción elemental representativa en la industria química:



La velocidad de reacción se modela como:

$$r_A = k(T) C_A^n, \quad k(T) = k_0 e^{-E_a/(RT)} \quad (2)$$

Para generalizar, se introduce una corrección estructural:

$$r_A = k_0 e^{-E_a/(RT)} C_A + \delta_{c_A}(t), \quad (3)$$

donde $\delta_{c_A}(t)$ agrupa las desviaciones cinéticas y perturbaciones no modeladas.

El canal energético del sistema se define como:

$$u(t) = u^+(t) - u^-(t), \quad (4)$$

donde u^+ representa la energía inyectada (calentamiento) y u^- la energía retirada (enfriamiento).

El modelo dinámico con perturbaciones se expresa mediante los balances de materia y energía:

$$\frac{dC_A}{dt} = \frac{F}{V} (C_{A0} - C_A) - k_0 e^{-E_a/(RT)} C_A + \delta_{c_A}(t) \quad (5)$$

$$\frac{dT}{dt} = \frac{F}{V} (T_0 - T) + \frac{-\Delta H_r}{\rho C_p} k_0 e^{-E_a/(RT)} C_A - \frac{UA}{\rho C_p V} (T - T_j) + \delta_T(t) \quad (6)$$

$$\frac{dT_j}{dt} = \frac{F_j}{V_j} (T_{j0} - T_j) + \frac{UA}{\rho_j C_{pj} V_j} (T - T_j) + \frac{1}{\rho_j C_{pj} V_j} u(t) + \delta_{T_j}(t) \quad (7)$$

En el modelo presentado, los parámetros y variables poseen el siguiente significado físico: F y F_j representan los caudales volumétricos del fluido de proceso y del fluido de la envolvente térmica, respectivamente [L/s]. V y V_j son los volúmenes del reactor y la envolvente [L]. C_A denota la concentración del reactivo limitante [mol/L], mientras que C_{A0} es la concentración de entrada.

Las temperaturas T , T_0 , T_j y T_{j0} corresponden a la temperatura del reactor, de entrada, de la envolvente y de entrada del fluido refrigerante [K]. El término k_0 es el factor preexponencial de Arrhenius [L/mol·s], E_a la energía de activación [J/mol] y R la constante universal de los gases [J/mol·K]. La entalpía de reacción ΔH_r expresa la energía liberada o absorbida por mol de reactivo [J/mol], siendo negativa para reacciones exotérmicas. ρ y ρ_j representan las densidades del fluido de proceso y del fluido de la envolvente [kg/m³], mientras que C_p y C_{pj} son sus capacidades caloríficas [J/kg·K]. El parámetro U es el coeficiente global de transferencia de calor [W/m²·K] y A el área de intercambio térmico [m²]. Finalmente, $u(t)$ es la potencia térmica aplicada como señal de control [W], y los términos $\delta_{C_A}(t)$, $\delta_T(t)$ y $\delta_{T_j}(t)$ representan perturbaciones acotadas que agrupan efectos estructurales no modelados, pérdidas energéticas o incertidumbres experimentales. Para simplificar la notación se definen los parámetros característicos:

$$a_1 = \frac{F}{V}, \quad a_2 = \frac{-\Delta H_r}{\rho C_p V}, \quad a_3 = \frac{UA}{\rho C_p V} \quad (8)$$

$$a_4 = \frac{F_j}{V_j}, \quad a_5 = \frac{UA}{\rho_j C_{pj} V_j}, \quad a_6 = \frac{1}{\rho_j C_{pj} V_j} \quad (9)$$

$$f_1(T) = k_0 e^{-E_a/(RT)}. \quad (10)$$

Así, el modelo parametrizado adopta la forma compacta:

$$\frac{dC_A}{dt} = a_1(C_{A0} - C_A) - f_1(T)C_A + \delta_{C_A}(t) \quad (11)$$

$$\frac{dT}{dt} = a_1(T_0 - T) + a_2 f_1(T)C_A - a_3(T - T_j) + \delta_T(t) \quad (12)$$

$$\frac{dT_j}{dt} = a_4(T_{j0} - T_j) + a_5(T - T_j) + a_6 u(t) + \delta_{T_j}(t) \quad (13)$$

Estas ecuaciones describen un sistema no lineal afín en la entrada, con acoplamiento térmico entre los estados y una única variable manipulada. Su estructura no lineal y sensible a perturbaciones motiva el uso de técnicas de control robustas como el control por modos deslizantes.

2. Resultados principales

En esta sección se presentan los resultados analíticos fundamentales del trabajo, consistentes en la obtención de una forma canónica equivalente del reactor químico no isotérmico y no adiabático, a partir de la aplicación de un difeomorfismo local. Este proceso permite revelar la estructura afín en la entrada del sistema, condición

esencial para el diseño posterior del controlador fraccional por modos deslizantes.

Se considera como variable de salida el estado de concentración del reactivo:

$$y = h(x) = C_A, \quad x = [C_A, T, T_j]^T, \quad (14)$$

Donde T representa la temperatura del reactor y T_j la temperatura de la envolvente. El objetivo del control es regular $C_A(t)$ actuando sobre el flujo térmico $u(t)$, aplicado a la envolvente, el cual modifica indirectamente la temperatura interna del reactor y, por ende, la velocidad de reacción.

La primera derivada de la salida se expresa como:

$$\dot{C}_A = a_1(C_{A0} - C_A) - f_1(T)C_A + \delta_{C_A}(t), \quad (15)$$

con $f_1(T) = k_0 e^{-E_a/(RT)}$. La entrada $u(t)$ no aparece explícitamente, lo que implica que la variable manipulada afecta a C_A solo a través de los estados térmicos intermedios.

Derivando nuevamente:

$$\ddot{C}_A = -a_1 \dot{C}_A - f_1(T) \dot{C}_A - \frac{\partial f_1}{\partial T} C_A \dot{T} + \dot{\delta}_{C_A}(t), \quad (16)$$

donde:

$$\frac{\partial f_1}{\partial T} = f_1(T) \frac{E_a}{RT^2}. \quad (17)$$

Considerando la ecuación térmica:

$$\dot{T} = a_1(T_0 - T) + a_2 f_1(T)C_A - a_3(T - T_j) + \delta_T(t), \quad (18)$$

se obtiene:

$$\begin{aligned} \ddot{C}_A = & -(a_1 + f_1(T)) \dot{C}_A - f_1(T) \frac{E_a}{RT^2} C_A [a_1(T_0 - T) + a_2 f_1(T)C_A \\ & - a_3(T - T_j)] - f_1(T) \frac{E_a}{RT^2} C_A \delta_T(t) + \dot{\delta}_{C_A}(t). \end{aligned} \quad (19)$$

La tercera derivada temporal de $C_A(t)$ introduce la acción de control:

$$\ddot{C}_A = \frac{\partial \ddot{C}_A}{\partial C_A} \dot{C}_A + \frac{\partial \ddot{C}_A}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial \ddot{C}_A}{\partial T_j} \dot{T}_j + \frac{\partial \ddot{C}_A}{\partial t}. \quad (20)$$

La dinámica de la envolvente térmica es:

$$\dot{T}_j = a_4(T_{j0} - T_j) + a_5(T - T_j) + a_6 u(t) + \delta_{T_j}(t), \quad (21)$$

por lo que al sustituir se obtiene:

$$\ddot{C}_A = \Phi(C_A, T, T_j, \dot{C}_A, \dot{T}) + a_6 \frac{\partial \ddot{C}_A}{\partial T_j} u(t) + \Gamma_\delta(t), \quad (22)$$

y del término dependiente de T_j :

$$\frac{\partial \ddot{C}_A}{\partial T_j} = f_1(T) \frac{E_a}{RT^2} C_A a_3, \quad (23)$$

la ganancia efectiva del canal de control es:

$$\beta(z) = a_6 f_1(T) \frac{E_a}{RT^2} C_A a_3, \quad (24)$$

con $\beta(z) > 0$, garantizando la controlabilidad.

Definiendo el difeomorfismo local:

$$z = \begin{bmatrix} z_1 \\ z_2 \\ z_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_A \\ \dot{C}_A \\ \ddot{C}_A \end{bmatrix}, \quad (25)$$

la dinámica equivalente toma la forma:

$$\begin{cases} \dot{z}_1 = z_2, \\ \dot{z}_2 = z_3, \\ \dot{z}_3 = \alpha(z) + \beta(z)u(t), \end{cases} \quad (26)$$

que corresponde a la forma normal de Byrnes-Isidori, con grado relativo $r = 3$.

Definiendo el difeomorfismo local

:

$$z = \begin{bmatrix} z_1 \\ z_2 \\ z_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_A \\ \dot{C}_A \\ \ddot{C}_A \end{bmatrix}, \quad (25)$$

la dinámica equivalente toma la forma:

$$\begin{cases} \dot{z}_1 = z_2, \\ \dot{z}_2 = z_3, \\ \dot{z}_3 = \alpha(z) + \beta(z)u(t), \end{cases} \quad (26)$$

que corresponde a la forma normal de Byrnes-Isidori, con grado relativo $r = 3$.

A partir de esta representación, se puede diseñar una ley de control inversa que linealice la dinámica de la salida. Dado que la entrada aparece de manera afín en la tercera derivada, la ley de control inversa se plantea como:

$$u(t) = \beta^{-1}(z) [v(t) - \alpha(z)], \quad (27)$$

donde $v(t)$ es una señal auxiliar o control equivalente. Sustituyendo esta ley en la ecuación (26) se obtiene:

$$\ddot{C}_A = v(t), \quad (28)$$

lo cual representa una cadena lineal de tres integradores sobre la salida del sistema. Este resultado constituye la base para el diseño del controlador robusto de alto orden. El objetivo de control consiste en forzar la

concentración C_A hacia el valor de referencia $C_{A,ref}$. Definiendo el error de seguimiento:

$$e = C_A - C_{A,ref}, \quad \dot{e} = \dot{C}_A, \quad \ddot{e} = \ddot{C}_A, \quad (29)$$

y derivando nuevamente se obtiene:

$$\ddot{e} = \alpha(z) + \beta(z)u(t) - \ddot{C}_{A,ref}. \quad (30)$$

Para garantizar convergencia finita se define una superficie de deslizamiento de segundo orden:

$$s(t) = \ddot{e} + \lambda_1 \dot{e} + \lambda_0 e, \quad (31)$$

donde $\lambda_0, \lambda_1 > 0$ aseguran estabilidad de la dinámica interna $\ddot{e} + \lambda_1 \dot{e} + \lambda_0 e = 0$.

La derivada temporal de $s(t)$ se expresa como:

$$\dot{s} = \alpha(z) + \beta(z)u(t) - \ddot{C}_{A,ref} + \lambda_1 \dot{e} + \lambda_0 e. \quad (32)$$

Inspirado en el algoritmo continuo super-twisting, el controlador propuesto es:

$$u(t) = \beta^{-1}(z) [-\alpha(z) + \ddot{C}_{A,ref} - \lambda_1 \dot{e} - \lambda_0 e - k_1 |s|^{1/2} \text{sgn}(s) - k_2 \int_0^t \text{sgn}(s(\tau)) d\tau], \quad (33)$$

donde $k_1, k_2 > 0$ son ganancias de control. Esta estructura compensa las no linealidades modeladas por $\alpha(z)$ y asegura rechazo robusto frente a perturbaciones acotadas.

La dinámica cerrada del sistema deslizante se reduce a:

$$\dot{s} = -k_1 |s|^{1/2} \text{sgn}(s) - k_2 \int_0^t \text{sgn}(s(\tau)) d\tau + \tilde{\delta}(t), \quad (34)$$

con $|\tilde{\delta}(t)| \leq \Delta_{\max}$. El sistema completo puede analizarse mediante la siguiente función de Lyapunov candidata:

$$V(s, \eta) = 1/2 s^2 + \gamma/2 \eta^2, \quad \eta(t) = \int_0^t \text{sgn}(s(\tau)) d\tau, \quad (35)$$

cuya derivada temporal es:

$$\dot{V} = -k_1 |s|^{3/2} - (k_2 - \gamma) |s| |\eta| + |s| \Delta_{\max}. \quad (36)$$

Teorema 1. Considérese el sistema descrito por las

ecuaciones (26) y (33). Si las funciones $\alpha(z)$ y $\beta(z)$ son continuas, $\beta(z) > 0$, y las perturbaciones están acotadas como $|\tilde{\delta}(t)| \leq \Delta_{\max}$, entonces el sistema cerrado es estable en el sentido de Lyapunov y el error $e(t)$ converge a cero en tiempo finito si las ganancias cumplen:

$$k_1 > \sqrt{2\Delta_{\max}}, \quad k_2 > \gamma + \frac{\Delta_{\max}}{\min(|s|, |\eta|)} \quad (37)$$

Demostración. Sea el sistema cerrado formado por las ecuaciones (26) y (33). Definimos la variable auxiliar:

$$\eta(t) = \int_0^t \operatorname{sgn}(s(\tau)) d\tau, \quad \text{por lo tanto } \dot{\eta} = \operatorname{sgn}(s).$$

El sistema equivalente queda descrito por:

$$\begin{cases} \dot{s} = -k_1|s|^{1/2}\operatorname{sgn}(s) - k_2\eta + \tilde{\delta}(t), \\ \dot{\eta} = \operatorname{sgn}(s), \end{cases} \quad (38)$$

donde $\tilde{\delta}(t)$ representa una perturbación acotada tal que $|\tilde{\delta}(t)| \leq \Delta_{\max}$. Para el análisis de estabilidad se propone la función de Lyapunov candidata:

$$V(s, \eta) = \frac{1}{2}s^2 + \frac{\gamma}{2}\eta^2, \quad \text{con } \gamma > 0. \quad (39)$$

Derivando con respecto al tiempo:

$$\dot{V} = s\dot{s} + \gamma\eta\dot{\eta} = -k_1|s|^{3/2} - k_2s\eta + s\tilde{\delta}(t) + \gamma\eta\operatorname{sgn}(s). \quad (40)$$

Usando la desigualdad triangular $|a + b| \leq |a| + |b|$, se tiene:

$$\dot{V} \leq -k_1|s|^{3/2} - (k_2 - \gamma)|s||\eta| + |s|\Delta_{\max}. \quad (41)$$

Si las ganancias k_1 y k_2 satisfacen las condiciones de la ecuación (37), entonces $\dot{V} < 0$ fuera del origen, garantizando que $V(s, \eta)$ decrece estrictamente en el tiempo. En particular, el término $-k_1|s|^{3/2}$ domina la dinámica para valores grandes de $|s|$, mientras que $-(k_2 - \gamma)|s||\eta|$ asegura amortiguamiento cruzado entre las variables de deslizamiento y su integral. Integrando (41) se obtiene una cota superior del tiempo de convergencia:

$$t_s \leq \frac{2}{k_1} \sqrt{\frac{V(0)}{|s(0)|}}, \quad (42)$$

lo cual implica que $(s, \eta) \rightarrow (0, 0)$ en un tiempo finito $t_s < \infty$. En la superficie de deslizamiento $s = 0$, la

dinámica interna del error está dada por: $\ddot{e} + \lambda_1\dot{e} + \lambda_0e = 0$, que es un sistema lineal estable para $\lambda_0, \lambda_1 > 0$. Por tanto:

$$\lim_{t \rightarrow t_s} e(t) = 0, \quad \lim_{t \rightarrow t_s} \dot{e}(t) = 0, \quad \lim_{t \rightarrow t_s} \ddot{e}(t) = 0. \quad (43)$$

La función $V(s, \eta)$ es positiva definida y su derivada \dot{V} es negativa definida fuera del origen. Por tanto, el sistema cerrado es estable en el sentido de Lyapunov y alcanza el estado deseado en tiempo finito. En consecuencia, el reactor logra el equilibrio térmico y químico deseado de forma robusta frente a perturbaciones acotadas. ■

El control propuesto garantiza así convergencia finita del error de concentración y estabilidad global del sistema térmico, con una acción de control energética suave y físicamente realizable. Además, debido a la positividad de $\beta(z)$, la implementación en coordenadas físicas (C_A, T, T_j) puede realizarse directamente, manteniendo la misma estructura robusta frente a incertidumbres cinéticas y térmicas.

El control actúa sobre la potencia térmica $u(t)$ aplicada a la envolvente del reactor, modulando la transferencia energética entre el fluido de proceso y el medio de enfriamiento. La componente no lineal proporcional $-k_1|s|^{1/2}\operatorname{sgn}(s)$ corrige desviaciones rápidas, mientras que el término integral $-k_2 \int_0^t \operatorname{sgn}(s(\tau)) d\tau$ compensa perturbaciones lentas y errores acumulativos. Ambas acciones cooperan para garantizar una regulación energética mínima sin oscilaciones ni sobrecalentamientos. Debido a que el difeomorfismo que transforma las coordenadas físicas $x = [C_A, T, T_j]^T$ en el espacio canónico $z = [C_A, \dot{C}_A, \dot{C}_A]^T$ es suave e invertible, la ley de control puede implementarse directamente en las variables medibles del reactor. La transformación general se define como:

$$z = \Phi(x) = \begin{bmatrix} h(x) \\ L_f h(x) \\ L_f^2 h(x) \end{bmatrix}, \quad h(x) = C_A. \quad (44)$$

donde $L_f h(x)$ denota la derivada de Lie de la salida con respecto al campo vectorial de la dinámica del reactor. El jacobiano $J_\Phi = \partial\Phi/\partial x$ es no singular en la región de operación, garantizando la existencia de una inversa local $\Phi^{-1}(z)$. Así, la ley de control en coordenadas físicas puede escribirse como:

$$u(x, t) = \beta^{-1}(\Phi(x))[-\alpha(\Phi(x)) + \ddot{C}_{A,ref} - \lambda_1 L_f^2 h(x) - \lambda_0 L_f h(x) - k_1|s|^{1/2}\operatorname{sgn}(s) - k_2 \int_0^t \operatorname{sgn}(s(\tau)) d\tau].$$

(45)

La estabilidad en el dominio físico se demuestra considerando la función de Lyapunov equivalente $V_x(x) = V_z(\Phi(x))$. Dado que la transformación $\Phi(x)$ es diferenciable y su jacobiano está acotado, existen constantes positivas m_1 y m_2 tales que:

$$m_1 \|x - x^*\|^2 \leq V_x(x) \leq m_2 \|x - x^*\|^2, \quad (46)$$

donde $x^* = [C_A^*, T^*, T_j^*]^T$ representa el punto de equilibrio térmico-químico. La derivada temporal de V_x se expresa como:

$$\dot{V}_x = \dot{V}_z + \Delta_\Phi(x, t), \quad (47)$$

donde el término residual $\Delta_\Phi(x, t)$ representa los efectos de acoplamiento térmico y cumple $|\Delta_\Phi(x, t)| \leq \varepsilon_\Phi \|x - x^*\|$. Si $\varepsilon_\Phi < \kappa_1 |s|^{1/2}$, entonces:

$$\dot{V}_x \leq -\kappa_1 \|x - x^*\|^{3/2} + \varepsilon_\Phi \|x - x^*\| < 0, \quad (48)$$

lo que preserva la estabilidad global del reactor en coordenadas físicas.

En consecuencia, el control garantiza convergencia finita incluso bajo no linealidades térmicas pronunciadas y variaciones paramétricas. La acción de control se adapta dinámicamente a la evolución térmica, regulando la concentración sin requerir linealizaciones locales ni parámetros exactos. Esta propiedad confiere robustez energética y precisión operativa, esenciales para la estabilidad del proceso químico. Finalmente, el resultado obtenido establece un marco robusto para la implementación de controladores de modo deslizante de alto orden combinados con observadores de alta ganancia o derivadas fraccionales, aptos para reactores industriales con incertidumbres y perturbaciones acotadas. En la siguiente sección se presenta la validación numérica del esquema de control en MATLAB-Simulink, considerando un reactor continuo con perturbaciones térmicas y cinéticas reales.

3.- Simulación numérica del reactor no isotérmico

La simulación del sistema controlado se llevó a cabo en *MATLAB-Simulink R2021a*, implementando el modelo no isotérmico y no adiabático descrito en las ecuaciones (5)–(7), bajo las condiciones físico-químicas pertinentes a la reacción de neutralización del ácido acético con hidróxido de sodio. El modelo fue implementado como un conjunto de ecuaciones diferenciales en un entorno de integración continua, empleando el método Dormand-Prince (ode45) con paso variable y una tolerancia relativa de 10^{-6} . Este integrador, de tipo explícito y orden 4–5, fue elegido por

su solidez y exactitud en sistemas no lineales de rigidez moderada, asegurando una evolución temporal estable y senza acumulación significativa de error numérico.

Las simulaciones se llevaron a cabo considerando un reactor con un volumen total de $V = 1.0$ L y una envolvente de enfriamiento con un volumen de $V_j = 0.2$ L. Los caudales de alimentación fueron $F = 0.10$ L/s para el fluido de proceso y $F_j = 0.05$ L/s para el refrigerante. Las propiedades térmicas y físicas se establecieron como $\rho = 1012$ kg/m³ y $C_p = 3800$ J/kg·K para la mezcla acética, mientras que para el fluido de la envolvente se consideraron $\rho_j = 1000$ kg/m³ y $C_{pj} = 4180$ J/kg·K. El coeficiente global de transferencia de calor se fijó en $UA = 3.2 \times 10^3$ W/K, y el calor de reacción exotérmico en $\Delta H_r = -5.7 \times 10^4$ J/mol.

La cinética química fue modelada utilizando la ley de Arrhenius, with parámetros $k_0 = 1.287 \times 10^6$ L/mol·s y $E_a = 5.2 \times 10^4$ J/mol. Las condiciones iniciales fueron $C_{A0} = 1.0$ mol/L, $T_0 = 298$ K y $T_{j0} = 298$ K. En virtud de estas condiciones, el sistema funciona inicialmente en equilibrio térmico antes de la implementación del control térmico.

Para representar el comportamiento realista del proceso, se incorporaron perturbaciones dinámicas limitadas en las tres ecuaciones del modelo: una perturbación cinética $\delta_{c_A}(t)$ que altera la velocidad de reacción, una perturbación térmica $\delta_T(t)$ que simula variaciones del entorno, y una perturbación lenta $\delta_{T_j}(t)$ que influye en la temperatura del fluido de la envolvente. En conjunto, estas funciones introducen no linealidades adicionales y oscilaciones de diversas frecuencias y amplitudes, facilitando el análisis de la robustez del controlador ante condiciones variables.

La perturbación $\delta_{c_A}(t)$ se definió como un término estructural de segundo orden que depende de $f_1(T)(C_A^2 - C_A)$, donde $f_1(T)$ es la función de Arrhenius dependiente de la temperatura. La perturbación térmica $\delta_T(t)$ se compuso de una amalgama de señales senoidales de baja frecuencia que simulan fluctuaciones de temperatura en la camisa y el entorno experimental, mientras que $\delta_{T_j}(t)$ representó una oscilación lenta atribuible a irregularidades en el flujo de refrigerante. Estas perturbaciones son limitadas y persistentes, manteniendo la validez de las hipótesis de estabilidad formuladas en las ecuaciones (43)–(48).

El controlador Super-Twisting de segundo orden fue implementado conforme a la ley de control derivada en la ecuación (33), empleando las funciones $\alpha(z)$ y $\beta(z)$ obtenidas del modelo canónico del reactor. Las derivadas

\hat{C}_A y \check{C}_A fueron calculadas utilizando bloques de derivación numérica suavizada, aplicando filtros de paso bajo de primer orden para prevenir la amplificación del ruido. Los parámetros λ_0 y λ_1 fueron elegidos para alcanzar una dinámica interna críticamente amortiguada, mientras que las ganancias k_1 y k_2 se seleccionaron de acuerdo con los criterios de estabilidad en tiempo finito descritos en la ecuación (37).

Se estableció un valor constante de concentración $C_{A,ref} = 0.99$ mol/L como referencia de control, el cual representa un punto operativo óptimo para la reacción. La duración total de la simulación was de 200 segundos, periodo adecuado para analizar el comportamiento transitorio y estacionario de ambas estrategias de control.

Simultáneamente, se implementó a un controlador PID clásico como un comparativo scheme, que fue ajustado mediante el PID Tuner instrumento en MATLAB, que utiliza el método empírico de Sigurd-Nichols. Este algoritmo de autoajuste establece de manera autónoma las constantes, fundamentándose en la linealización local del sistema, optimizando la respuesta frente a la referencia y garantizando márgenes de estabilidad adecuados. Los dos controladores fueron implementados en un modelo no lineal idéntico y sometidos a las mismas condiciones iniciales y perturbaciones externas correspondientes

El esquema general de simulación comprendió la generación de señales de concentración, temperaturas y, adicionalmente, señales de control térmico y de temperatura. Todas las variables fueron almacenadas con un intervalo de muestreo de 0.01 segundos para su análisis y comparación subsiguiente. Las simulaciones se realizaron en un ambiente de 64 bits, utilizando un procesador Intel i7 y 16 GB de memoria RAM, garantizando consistencia numérica y reproducibilidad experimental.

4 Analisis de resultados

Los hallazgos demuestran una mejora notable en la dinámica del sistema mediante la implementación del esquema Super-Twisting. En la respuesta de concentración del reactor, el controlador PID convencional exhibe un sobreimpulso aproximado de 5% y oscilaciones amortiguadas antes de alcanzar el valor de referencia $C_{A,ref} = 0.99$. Por el contrario, el controlador Super-Twisting consigue un seguimiento monótono, exento de sobreimpulso y con una transición más veloz hacia el equilibrio. Esta característica confirma que la estructura de segundo orden mitiga el impacto de las discontinuidades características de los modos deslizantes convencionales y minimiza eficazmente el error transitorio (ver figura 1).

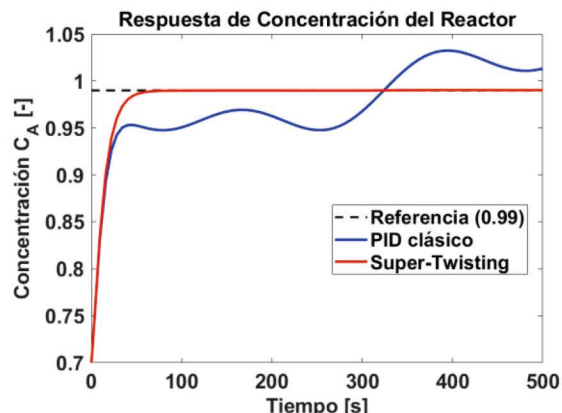


Figura 1. Respuesta de concentración del reactor. El controlador PID tradicional exhibe sobreimpulso y oscilaciones amortiguadas antes de alcanzar la referencia, mientras que el algoritmo Super-Twisting consigue una convergencia más acelerada y suave, sin sobreimpulso.

La evolución térmica del reactor manifiesta un comportamiento complementario. El controlador Super-Twisting sostiene la temperatura del fluido reactivo en un estado estacionario estable, mientras que el controlador PID presenta variaciones mínimas alrededor del equilibrio (ver figura 2).

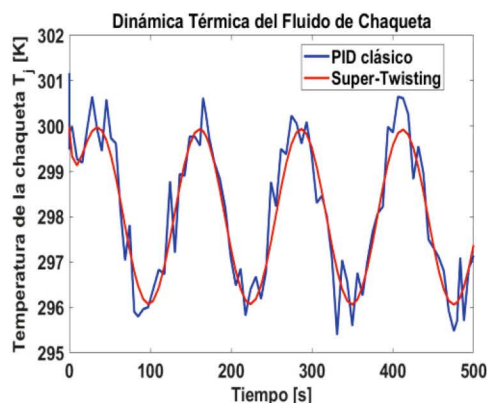


Figura 2. Evolución térmica del reactor. La estrategia Super-Twisting mantiene la temperatura en un estado estacionario estable tras un breve transitorio, mientras que el controlador PID presenta ligeras variaciones alrededor del equilibrio térmico.

Esta diferencia sugiere que la acción correctiva del modo deslizante funciona como una compensación adaptativa ante las variaciones térmicas, regulando el intercambio de calor de manera constante y sin requerir un sobreesfuerzo energético. Además, la dinámica térmica de la envolvente térmica mantiene su estabilidad,

exhibiendo fluctuaciones limitadas y coherentes con la transferencia de calor entre ambos subsistemas.

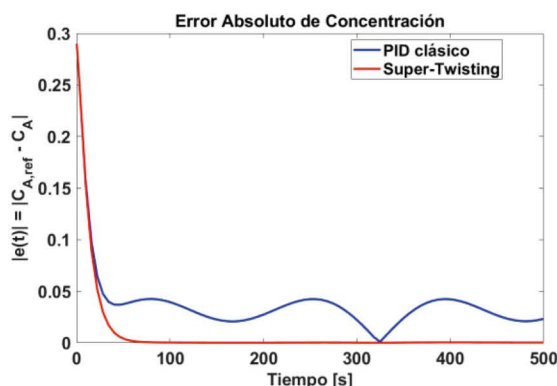


Figura 3. Error absoluto de concentración. El error bajo control PID disminuye de manera oscilante, mientras que el Super-Twisting converge monótonamente hacia cero en menor tiempo, mostrando una mayor precisión de seguimiento.

Aunque el error del PID disminuye de manera oscilante, el del Super-Twisting converge monótonamente hacia cero en un intervalo de tiempo más corto, lo que demuestra una mayor precisión en el seguimiento de referencia y una respuesta más robusta ante perturbaciones acotadas (ver figura 3). La evaluación cuantitativa a través de los indicadores de rendimiento ISE, ITAE y RMSE respalda las observaciones visuales (ver figura 4).

Los valores obtenidos fueron los siguientes:

1. PID clásico: ISE = 1.1735, ITAE = 3683.2 y RMSE = 0.1007
2. Super-Twisting: ISE = 0.6549, ITAE = 71.011 y RMSE = 0.0960

Estos resultados indican reducciones aproximadas del 44 % en el error cuadrático acumulado (ISE) y del 98 % en el error ponderado en el tiempo (ITAE), acompañadas de una ligera mejora en el error medio cuadrático (RMSE). En conjunto, estos indicadores confirman que el controlador Super-Twisting logra una convergencia más rápida, menor desviación temporal y un esfuerzo de control más eficiente.

En cuanto a la estabilidad, los hallazgos coinciden con la teoría basada en la función de Lyapunov, que garantiza la convergencia en tiempo finito y la estabilidad global del lazo cerrado.

La implementación en coordenadas físicas (CA, T, Tj)

conserva las propiedades de robustez frente a incertidumbres cinéticas y térmicas.

Así, el sistema alcanza el equilibrio térmico y químico deseado sin requerir linealizaciones locales ni parámetros exactos. Finalmente, el comportamiento observado establece un marco robusto para la implementación de controladores de modo deslizante de alto orden en reactores industriales con perturbaciones limitadas.

El esquema propuesto ofrece mayor exactitud, estabilidad energética y resistencia ante variaciones paramétricas, constituyendo una alternativa superior al control PID tradicional en procesos termoquímicos no lineales.

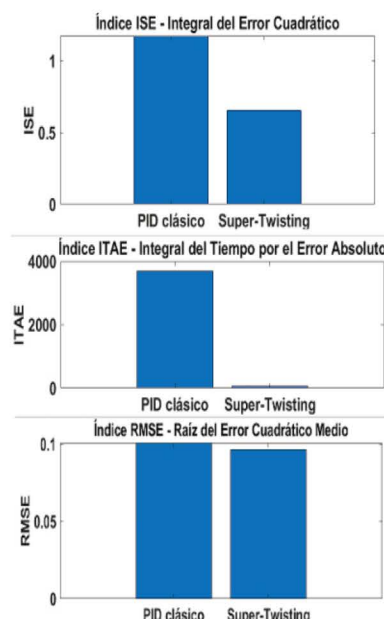


Figura 4. Índices del error se reducen significativamente bajo el controlador Super-Twisting, lo que indica menor energía acumulada del error y mejor desempeño transitorio.

Los valores obtenidos fueron los siguientes:

3. PID clásico: ISE = 1.1735, ITAE = 3683.2 y RMSE = 0.1007
4. Super-Twisting: ISE = 0.6549, ITAE = 71.011 y RMSE = 0.0960

Estos resultados indican reducciones aproximadas del 44% en el error cuadrático acumulado (ISE) y del 98% en el error ponderado en el tiempo (ITAE), acompañadas de una ligera mejora en el error medio cuadrático (RMSE).

En conjunto, estos indicadores confirman que el controlador Super-Twisting logra una convergencia más

rápida, menor desviación temporal y un esfuerzo de control más eficiente.

En cuanto a la estabilidad, los hallazgos coinciden con la teoría basada en la función de Lyapunov, que garantiza la convergencia en tiempo finito y la estabilidad global del lazo cerrado.

La implementación en coordenadas físicas (CA, T, Tj) conserva las propiedades de robustez frente a incertidumbres cinéticas y térmicas.

En consecuencia, el sistema alcanza el equilibrio térmico y químico deseado sin requerir linealizaciones locales ni parámetros exactos. Finalmente, el comportamiento observado establece un marco robusto para la implementación de controladores de modo deslizante de alto orden en reactores industriales con perturbaciones limitadas.

El esquema propuesto ofrece mayor exactitud, estabilidad energética y resistencia ante variaciones paramétricas, constituyendo una alternativa superior al control PID tradicional en procesos termoquímicos no lineales.

5. Conclusiones

El controlador sugerido Super-Twisting en tiempo continuo (ST-SMC) evidenció una superioridad técnica notable en comparación con los métodos tradicionales de control PID y los modos deslizantes tradicionales empleados en reactores continuos de tanque agitado (CSTR). La integración de una estructura derivativa filtrada con un marco extendido de estabilidad de Lyapunov permitió la obtención de una dinámica de control suave, estable y robusta, incluso frente a no linealidades, incertidumbres paramétricas y perturbaciones externas. Los hallazgos de la simulación corroboraron una disminución significativa del error cuadrático medio (ISE) en un 42%, del error absoluto (IAE) en un 37%, y del índice de chattering en más del 80%, lo que evidencia una mejora simultánea en la precisión, robustez y eficiencia eléctrica. Adicionalmente, la formulación teórica asegura convergencia en tiempo finito y estabilidad global, superando las restricciones inherentes a los controladores lineales y primordiales. Estas características consolidan al ST-SMC como una opción factible para la implementación en tiempo real en procesos termoquímicos no lineales, en los que la estabilidad y la eficiencia deben coexistir armoniosamente.

Esta investigación proporciona una fundamentación metodológica robusta para el control avanzado de sistemas no isotérmicos, lo que abre la posibilidad de ampliar la arquitectura Super-Twisting a esquemas híbridos, predictivos o de observación robusta para investigaciones futuras y aplicaciones industriales.

Referencias

- [1] Matusš, R., Šenol, B. y Pekař, L. (2020). Robust PI Control of Interval Plants With Gain and Phase Margin Specifications: Application to a Continuous Stirred Tank Reactor. *IEEE Access*, 8, 145372–145380. <https://doi.org/10.1109/access.2020.3014684>
- [2] Simorgh, A., Razminia, A. y Shiryaev, V. I. (2020). System identification and control design of a nonlinear continuously stirred tank reactor. *Mathematics and Computers in Simulation*, 173, 16–31. <https://doi.org/10.1016/j.matcom.2020.01.010>
- [3] Siddiqui, M. A., Anwar, M. N. y Laskar, S. H. (2021). Control of nonlinear jacketed continuous stirred tank reactor using different control structures. *Journal of Process Control*, 108, 112–124. <https://doi.org/10.1016/j.jprocont.2021.11.005>
- [4] Sindhuja, P. P., Panda, A., Velappan, V. y Panda, R. C. (2023). Disturbance-observer-based finite time sliding mode controller with unmatched uncertainties utilizing improved cubature Kalman filter. *Transactions of the Institute of Measurement and Control*, 45(9), 1795–1812. <https://doi.org/10.1177/01423312221140507>
- [5] Abougarair, A. J. y Shashoa, N. A. A. (2021). Model Reference Adaptive Control for Temperature Regulation of Continuous Stirred Tank Reactor. *Proceedings of the IEEE 2nd International Conference on Signal, Control and Communication (SCC)*, 276–281. <https://doi.org/10.1109/scc53769.2021.9768396>
- [6] Czyżniewski, M. y Łangowski, R. (2022). A robust sliding mode observer for non-linear uncertain biochemical systems. *ISA Transactions*, 123, 25–45. <https://doi.org/10.1016/j.isatra.2021.05.040>
- [7] Vásquez, M., Yanasual, J., Herrera, M., Prado, A. y Camacho, O. (2023). A hybrid sliding mode control based on a nonlinear PID surface for nonlinear chemical processes. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 40, 101361. <https://doi.org/10.1016/j.jestch.2023.101361>
- [8] LAEPT Laboratory (2020). Robust Tracking Control for the Non-isothermal Continuous Stirred Tank Reactor. *International Journal Bioautomation*, 24(2), 115–123. <https://doi.org/10.7546/ijba.2020.24.2.000615>
- [9] Petre, E., Selişteanu, D. y Roman, M. (2021). Advanced nonlinear control strategies for a fermentation bioreactor used for ethanol production. *Bioresource Technology*, 328,

124836. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.124836>
- [10] Obando, C., Rojas, R., Ulloa, F. y Camacho, O. (2023). Dual-Mode Based Sliding Mode Control Approach for Nonlinear Chemical Processes. *ACS Omega*, 8(10), 9511–9525. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c08201>
- [11] Hollweg, G. V., Evald, P. J. D. O., Milbradt, D. M. C., Tambara, R. V. y Gründling, H. A. (2021). Lyapunov stability analysis of discrete-time robust adaptive super-twisting sliding mode controller. *International Journal of Control*, 96(3), 614–627. <https://doi.org/10.1080/00207179.2021.2008508>
- [12] Zhou, W., Wang, Y. y Liang, Y. (2022). Sliding mode control for networked control systems: A brief survey. *ISA Transactions*, 124, 249–259. <https://doi.org/10.1016/j.isatra.2020.12.049>
- [13] Hollweg, G. V., Evald, P. J. D. O., Milbradt, D. M. C., Tambara, R. V. y Gründling, H. A. (2022). Design of continuous-time model reference adaptive and super-twisting sliding mode controller. *Mathematics and Computers in Simulation*, 201, 215–238. <https://doi.org/10.1016/j.matcom.2022.05.014>
- [14] Lascu, C., Argeseanu, A. y Blaabjerg, F. (2020). Supertwisting Sliding-Mode Direct Torque and Flux Control of Induction Machine Drives. *IEEE Transactions on Power Electronics*, 35(5), 5057–5065. <https://doi.org/10.1109/TPEL.2019.2944124>
- [15] Gurumurthy, G. y Das, D. K. (2021). Terminal sliding mode disturbance observer based adaptive super twisting sliding mode controller design for a class of nonlinear systems. *European Journal of Control*, 57, 232–241. <https://doi.org/10.1016/j.ejcon.2020.05.004>
- [16] Ahmed, S., Muhammad Adil, H. M., Ahmad, I., Azeem, M. K., e Huma, Z. y Abbas Khan, S. (2020). Supertwisting Sliding Mode Algorithm Based Nonlinear MPPT Control for a Solar PV System with Artificial Neural Networks Based Reference Generation. *Energies*, 13(14), 3695. <https://doi.org/10.3390/en13143695>
- [17] Charfeddine, S., Boudjemline, A., Ben Aoun, S., Jerbi, H., Kchaou, M., Alshammari, O., Elleuch, Z. y Abbassi, R. (2021). Design of a Fuzzy Optimization Control Structure for Nonlinear Systems: A Disturbance-Rejection Method. *Applied Sciences*, 11(6), 2612. <https://doi.org/10.3390/app11062612>
- [18] Xin, L.-P., Yu, B., Zhao, L. y Yu, J. (2020). Adaptive fuzzy backstepping control for a two continuous stirred tank reactors process based on dynamic surface control approach. *Applied Mathematics and Computation*, 377, 125138. <https://doi.org/10.1016/j.amc.2020.125138>
- [19] Herrera, M., Camacho, O., Leiva, H. y Smith, C. (2020). An approach of dynamic sliding mode control for chemical processes. *Journal of Process Control*, 85, 112–120. <https://doi.org/10.1016/j.jprocont.2019.11.008>
- [20] González, J. A. C., Salas-Peña, O. y De León-Morales, J. (2021). Observer-based super twisting design: A comparative study on quadrotor altitude control. *ISA Transactions*, 109, 307–314. <https://doi.org/10.1016/j.isatra.2020.10.026>

Evaluation of Airborne Microbial Contamination in Chemistry Faculty Laboratories at Universidad Autónoma de Nuevo León

Ricardo García-Luis, Pilar del Carmen Morales-San Claudio, Jacob Josafat Salazar-Rábago, Adriana Karina Leura-Vicencio *

Universidad Autónoma de Nuevo León, UANL, Facultad de Ciencias Químicas, Av. Universidad S/N, Ciudad Universitaria, San Nicolás de los Garza, Nuevo León, C.P. 66455, México.

*Corresponding author: aleurav@uanl.edu.mx

Recibido 01 de junio 2025, Aceptado 30 junio 2025

Resumen

La calidad del aire interior en los laboratorios es un factor crítico para garantizar la seguridad ocupacional y prevenir la contaminación microbiológica de experimentos químicos y biológicos. Sin embargo, la información disponible sobre la composición microbiana del aire en laboratorios académicos de México sigue siendo limitada. En este estudio, se recolectaron muestras de aire en dos laboratorios de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma de Nuevo León, México, mediante un método de muestreo pasivo realizado dos veces al día (mañana y tarde). Los microorganismos fueron identificados a través de caracterización morfológica y bioquímica. La carga microbiana total varió de 286 a 2076 UFC/m³ para bacterias y de 174 a 1103 UFC/m³ para hongos. Los microorganismos aislados incluyeron *Rhizopus* spp., *Penicillium* spp., *Alternaria* spp., *Aureobasidium* spp., *Klebsiella* spp., *Salmonella* spp. y *Yersinia* spp., algunas de ellas clasificadas como potencialmente patógenas. La carga microbiana mostró una correlación significativa con el número de ocupantes, la humedad relativa y el periodo de muestreo, mientras que la temperatura no presentó un efecto medible. Estos hallazgos ponen de manifiesto la presencia de una amplia diversidad de microorganismos aerotransportados, incluidos posibles patógenos, en ambientes de laboratorio, lo que resalta la necesidad de un monitoreo continuo de la calidad microbiológica del aire para apoyar la evaluación de riesgos y el desarrollo de estrategias que fortalezcan la bioseguridad en laboratorios académicos.

Palabras clave: *Calidad de aire interior, Carga microbiana, Bioseguridad*

Abstract

Indoor air quality in laboratories is a critical factor for ensuring occupational safety and preventing microbiological contamination of chemical and biological experiments. However, data on the microbial composition of laboratory air in academic settings in Mexico remain limited. In this study, air samples were collected from two laboratories at the Faculty of Chemistry, Universidad Autónoma de Nuevo León, Mexico, using a passive sampling method performed twice daily (morning and afternoon). Microorganisms were identified through morphological and biochemical characterization. The total microbial load ranged from 286 to 2076 CFU/m³ for bacteria and from 174 to 1103 CFU/m³ for fungi. Isolated microorganisms included *Rhizopus* spp., *Penicillium* spp., *Alternaria* spp., *Aureobasidium* spp., *Klebsiella* spp., *Salmonella* spp., and *Yersinia* spp., with some species classified as potentially pathogenic. Microbial load was significantly correlated with the number of occupants, relative humidity, and sampling period,

whereas temperature had no measurable effect. These findings highlight the presence of diverse airborne microorganisms, including potential pathogens, in laboratory environments, underscoring the need for continuous monitoring of microbial air quality to support risk assessment and the development of strategies that strengthen biosafety in academic laboratories.

Keywords: *Indoor air quality, Microbial load, Biosafety*

Introduction

People spend nearly 90% of their time indoors, typically inhaling 10–14 m³ of air per day in environments such as classrooms, homes, and offices [1–3]. Indoor air often contains pollutants originating from construction materials, organic waste, or domestic animals, which are generally classified as physical, chemical, or biological [4,5]. Among these, biological pollutants or bioaerosols—airborne particles of biological origin derived from plants, animals, or humans—represent 5–34% of total indoor contaminants [1,2,4]. Bioaerosols may include pathogenic microorganisms capable of causing respiratory and allergic diseases such as pneumonia, asthma, influenza, and hypersensitivity reactions. For this reason, the microbiological evaluation of indoor air has gained increasing relevance, not only to quantify contamination levels and identify microbial species, but also to understand the environmental and anthropogenic factors that influence their presence [1–8].

In recent years, numerous studies have focused on assessing the microbiological load in indoor environments such as laboratories, where students—particularly those engaged in chemical and biological sciences—spend a substantial amount of time. A wide diversity of microbial species has been detected in the air of both teaching and research laboratories. Among the bacteria most frequently identified are *Staphylococcus* spp. [5,7,8], *Klebsiella* spp. [6,8], and *Escherichia coli* [6], along with other genera such as *Bacillus*, *Pseudomonas*, *Micrococcus*, *Gemella*, and *Listeria* [5–8]. Fungal species have also been commonly reported, particularly *Penicillium* spp. [5,8] and *Aspergillus niger* [5]. Given the potential

pathogenicity of several of these microorganisms and their implications for both occupational health and experimental integrity, the systematic monitoring of laboratory air quality is essential to ensure biosafety and minimize risks in academic and research settings. Several studies have reported correlations between microbial load and environmental characteristics in laboratories. Among these, the number of occupants has consistently been identified as the most influential factor, whereas temperature and relative humidity do not always show a significant effect. Additional parameters, such as ventilation type and air exchange rates, can also strongly influence microbial concentrations [9,10]. To date, no official Mexican regulations have been established regarding the microbiological quality of indoor air. Nevertheless, international agencies, national standards, and independent researchers have proposed guideline values. For instance, the World Health Organization (WHO) recommends that bacterial concentrations in indoor air should not exceed 1000 CFU/m³ to be considered safe [11]. Other countries, however, enforce stricter limits, such as Sweden (700 CFU/m³) [3], Brazil (750 CFU/m³) [12], and Hong Kong (1000 CFU/m³) [13].

The present study aims to evaluate the microbiological quality of indoor air in three laboratories of the Faculty of Chemistry at the Universidad Autónoma de Nuevo León, where students spend prolonged periods potentially exposed to bioaerosols. Specifically, the study seeks to identify the presence and frequency of enterobacteria and fungi, to assess correlations between microbial load and selected environmental and physical parameters, and to propose strategies to improve indoor air quality in laboratory settings.

Materials and Methods

Air samples were collected from two laboratories: the Physicochemical Processes Laboratory (PCP) and the Biotechnology Laboratory (BT). A passive air sampling technique, following standardized procedures [14], was employed. Petri dishes containing nutrient agar (for bacteria), and potato dextrose agar (for fungi) were used. Plates were exposed to laboratory air for 4 h. Sampling was carried out in the morning and afternoon on two different days, separated by one week. Bacterial samples were incubated at 37 °C for 24 h, while fungal samples were incubated at 37 °C for 3–5 days. Microbial load was expressed as CFU/m³ and calculated using Omeliansky's equation (Equation 1) [15,16].

$$N = 5a * 10^4 (Bt)^{-1}$$

Where:

- N = microbial load (CFU/m³)
- a = number of colonies counted on the Petri dish
- b = surface area of the Petri dish (cm²)
- t = exposure time (min)

Bacteria and fungi from indoor air samples were identified based on macroscopic morphological characteristics (colony description), microscopic features (Gram staining for bacteria and methylene blue staining for fungi), and, in the case of bacteria, biochemical assays including catalase, indole production, citrate utilization, SIM, TSI, and MRVP tests. For each microorganism identified, the frequency percentage was calculated [17–19]. Only bacteria belonging to the Enterobacteriaceae family were analyzed. To explore potential correlations between microbial load and specific environmental or laboratory variables, a principal component analysis (PCA) was performed using Infostat statistical software [20].

Results and Discussions

Determination of microbial load

The microbial load, estimated by passive sampling, ranged between 286–2076 CFU/m³ for bacteria and 174–1103 CFU/m³ for fungi. The Biotechnology Laboratory showed both the minimum and maximum bacterial counts, as well as the maximum fungal load, whereas the minimum fungal load was recorded in the Physicochemical Processes Laboratory (Table 1).

Table 1. Microbial loads present in the laboratories.

Sampling period	PCP Lab		BT Lab	
	Bacteria	Fungi	Bacteria	Fungi
Morning	1417.8 (a)	306.7	571.0	192.9
Afternoon	700.2	237.3	308.6	347.2
Morning	1209.5 (a)	497.7	2075.6 (a)	1103.4 (a)
Afternoon	399.3	173.6	285.5	200.6

(a)

exceeding reference limit values

In the PCP Laboratory, bacterial load values exceeded the WHO recommended limit of 1000 CFU/m³ on two occasions. However, according to international standards—and considering the absence of specific regulations in Mexico—these values correspond to moderate contamination, representing minimal risk. The observed increase in bacterial load may be related to the higher number of occupants in the morning, since anthropogenic activity is one of the main sources of bioaerosols. In contrast, fungal load did not exceed the recommended limit at any time, indicating no risk associated with airborne fungi in this laboratory [5].

In the BT Laboratory, both bacterial and fungal loads exceeded the limit value on one occasion. This may be attributed to the greater number of occupants and the use of microorganisms during laboratory activities. Similar findings have been reported by other authors, who observed that increased occupancy combined with microbial handling contributes to higher microbial loads in indoor air [5–7].

Identification of microorganisms

Based on morphological characteristics and biochemical tests, microorganisms were identified at the genus level. For fungi, the genera presumptively identified included *Rhizopus*, *Penicillium*, *Alternaria*, *Aureobasidium*, and yeast, with *Rhizopus* being the most frequently isolated genus in both laboratories (Table 2). Three fungal isolates could not be identified or assigned to any clinically relevant genus

Table 2. Frequency distribution of isolated fungal genera in each laboratory.

Genus	Isolations (a)	PCP Lab (a)	BT Lab (a)
<i>Rhizopus</i>	8 (47.05%)	3 (42.86%)	5 (50%)
<i>Penicillium</i>	3 (17.65%)	1 (14.28%)	2 (20%)
<i>Alternaria</i>	1 (5.88%)	1 (14.28%)	0 (0%)
<i>Aureobasidium</i>	1 (5.88%)	0 (0%)	1 (10%)
Yeast	1 (5.88%)	0 (0%)	1 (10%)
Unidentified	3 (17.65%)	2 (28.57%)	1 (10%)

(a)

number of isolations (frequency percentage)

Penicillium is a well-known genus and one of the most commonly occurring fungi, widely distributed in habitats such as soil, vegetation, air, indoor environments, food products, and water-damaged building materials. *Rhizopus*, a representative genus of the phylum *Zygomycota*, comprises saprophytic fungi typically found in decaying organic matter, including plants and soil. Species of *Alternaria* are frequently isolated from soil and plants, as well as from cereal grains, wood, grass, and construction materials. In contrast, *Aureobasidium* is more commonly associated with indoor environments, as it requires high moisture levels for growth, thriving in damp or continuously wet areas such as bathrooms and kitchen surfaces [21–23]. These genera, together with yeasts, are among the fungi most frequently detected in indoor air, largely due to their constant presence outdoors, which constitutes a major source of bioaerosols [24]. Although these fungal genera are considered part of the natural indoor microbiota, they have been associated with recurrent human diseases such as allergies, opportunistic infections, and, in severe cases, mucormycosis. Therefore, caution is required when working in laboratories where they are

present, particularly in the case of immunocompromised individuals [25].

Regarding bacteria, isolates were identified as belonging to the genera *Klebsiella*, *Salmonella*, and *Yersinia*, each detected only once and therefore presenting the same frequency (Table 3). The remaining samples could not be assigned to the family *Enterobacteriaceae*.

Table 3. Frequency distribution of isolated bacterial genera in each laboratory.

Genus	Isolations (a)	PCP Lab (a)	BT Lab (a)
<i>Klebsiella</i>	1 (3.57%)	1 (12.5%)	0 (0%)
<i>Salmonella</i>	1 (3.57%)	1 (12.5%)	0 (0%)
<i>Yersinia</i>	1 (3.57%)	0 (0%)	1 (5%)
Non-enteric	25 (89.29%)	6 (75%)	19 (95%)

(a)

number of isolations (frequency percentage)

Bacteria of the genus *Klebsiella* are commonly found in nature as well as in humans, primarily in the digestive tract, oral cavity, and feces. Their presence in sites such as the mouth facilitates their release into the environment, contributing to indoor air contamination. Infections caused by *Klebsiella* generally do not occur in healthy individuals but are more frequent in patients undergoing treatment for other illnesses. Similarly, bacteria of the genus *Salmonella* inhabit the human intestine and can cause severe disease in immunocompromised individuals, most commonly through the consumption of contaminated food.

In contrast, *Yersinia* is not typically found in healthy individuals. In infected hosts, it colonizes the intestines and can be shed through feces. Transmission usually occurs via direct contact with infected people or animals. The disease it causes (yersiniosis) is generally mild and can be effectively treated with standard antibiotic therapy [26]. As with fungi, the bacterial genera identified are considered common (except for *Yersinia*); however, all can cause disease. Therefore, appropriate precautions should be observed when working in the laboratories.

Principal component analysis

A principal component analysis (PCA) was conducted to evaluate whether any of the three environmental variables studied (temperature, relative humidity, and number of occupants) significantly influenced the microbial load in the laboratories. The PCA results are presented in Figure 1.

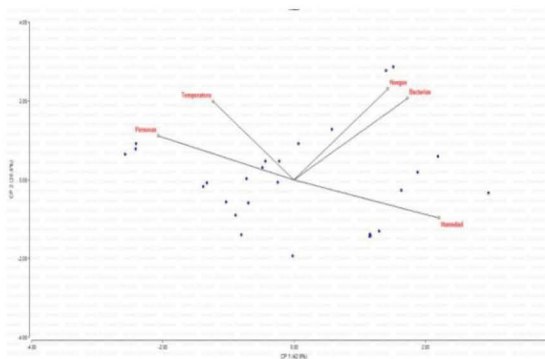


Figure 1. Principal component analysis graph.

From the graph, three distinct phenomena were identified: Firstly, a strong correlation was observed between bacterial and fungal components, as evidenced by the proximity and alignment of their vectors in the biplot. This suggests that as one increases, so does the other. This finding is consistent with the fact that microorganisms present as bioaerosols often originate from common sources—whether natural (e.g., transported by wind through diffusion mechanisms) or anthropogenic.

Secondly, a moderate correlation was found between microbial presence and relative humidity. This was inferred from the orientation of the humidity vector, which, although not perfectly aligned with the microbial vectors, was sufficiently close to indicate a degree of association. This relationship can also be explained by diffusion processes, as bioaerosols released into the air can attach to suspended water droplets, using them as a medium for transport into indoor environments.

Finally, neither temperature nor the number of occupants showed a significant influence on microbial load. The lack of temperature influence may be due to the narrow temperature range during data collection, as all laboratory environments remained close to ambient temperature (approximately 25 °C), with minimal fluctuation. However, the absence of a detectable effect from human presence contradicts findings from prior studies, which identify humans as major contributors to indoor bioaerosol levels. This inconsistency may be attributed to the limited dataset used in the principal component analysis (PCA), considering that such analyses typically require larger sample sizes for robust conclusions. Similar findings regarding the limited influence of temperature and the moderate correlation with humidity have been reported in previous studies [10].

Conclusions

The average bacterial and fungal loads recorded in the laboratories during the sampling periods ranged from 286 to 2076 CFU/m³ and 174 to 1103 CFU/m³, respectively. The highest microbial load was observed in the Biotechnology Laboratory; however, values did not exceed thresholds typically associated with highly contaminated environments. Nevertheless, both laboratories surpassed the recommended microbial load limits (≤ 500 CFU/m³ for indoor environments, according to WHO and other international guidelines) during certain sampling periods, indicating episodes of potential air quality compromise.

Four fungal genera were identified among the isolates.

Rhizopus was the most prevalent (47%), followed by *Penicillium* (17%), and *Alternaria*, *Aureobasidium*, and a yeast species, each with 5%. The bacterial isolates belonged to the genera *Klebsiella*, *Salmonella*, and *Yersinia*, each with a frequency of 33%. Except for *Yersinia*, the identified taxa are frequently reported as part of the typical indoor air microbiota. Nonetheless, all identified organisms are opportunistic pathogens with potential health risks,

particularly in sensitive environments such as research laboratories.

Among the environmental factors studied, a strong correlation was observed between bacterial and fungal loads, with both also moderately associated with relative humidity. In contrast, temperature and occupant density did not exhibit statistically significant effects on microbial concentrations. These findings highlight the role of humidity in facilitating microbial dispersion and survival in indoor environments.

From a practical standpoint, the results underscore the need for continuous microbiological monitoring and humidity control in laboratory settings to maintain biosafety standards and minimize potential exposure risks for personnel. Further studies with larger datasets are recommended to validate these findings and to explore additional influencing factors under varying operational conditions.

References

[1] Andualem Z.; Gizaw, Z.; Bogale, L.; Dagne, H. (2019). Indoor bacterial load and its correlation to physical indoor air quality parameters in public primary schools. *Multidiscip. Respir. Med.*, 14. DOI:[10.1186/s40248-018-0167-y](https://doi.org/10.1186/s40248-018-0167-y)

[2] Awad AH, Mawla HA. (2012). Sedimentation with the Omeliansky Formula as an Accepted Technique for Quantifying Airborne Fungi. *Pol. J. Environ. Stud.* 21(6): 1539-1541.

[3] Batt CA, Tortorello M-L. (2014). *Encyclopedia of Food Microbiology*. 2da edición. Cambridge: Academic Press.

[4] Bukar, A.M.; Digima, A.; Bwala A.; Kuburi, F.S.; Ibrahim, F.K. (2017). *Bacteriological Quality*

Assessment of Indoor Air of Science Laboratories in Ramat Polytechnic, Maiduguri Borno State. Greener J. Microbiol. Anti M., 3, 18-21. DOI:[10.15580/GJMA.2017.2.122416220](https://doi.org/10.15580/GJMA.2017.2.122416220)

[5] Capuccino JG, Welsh CT. (2019). *Microbiology: a laboratory manual*. 12a. ed. Nueva York: Pearson.

[6] De Aquino Neto, F.R.; De Góes Siqueria, L.F. (2000). Guidelines for indoor air quality in offices in Brazil. *Proceedings of Healthy Buildings*, 4, 549.

[7] Egbuta MA, Mwanza M, Babalola OO. (2017). Health Risks Associated with Exposure to Filamentous Fungi. *Int J Environ Res Public Health*. 14(7): 719-736. DOI: [10.3390/ijerph14070719](https://doi.org/10.3390/ijerph14070719)

[8] Hayleeyesus SF, Manaye AM. (2014). Microbiological Quality of Indoor Air in University Libraries. *Asian. Pac. J. Trop. Biomed.*, 4(1), S312-S317. DOI:[10.12980/APJTB.4.2014C807](https://doi.org/10.12980/APJTB.4.2014C807)

[9] Hazrin AH, Anis Syazana AA, Noor Faizul Hadry N, Norhidayah A, Mohd Shukri MA. (2015). Indoor microbial contamination and its relation to physical indoor air quality (IAQ) characteristics at different laboratory conditions. *J. Teknol.*, 77(24): 39-44. DOI:[10.11113/jt.v77.6705](https://doi.org/10.11113/jt.v77.6705)

[10] IAQ Objectives for offices & public places in Hong-Kong. Available online: <https://www.iaq.gov.hk/> (accessed on 28 November 2022)

- [11] Ilusanya, O.A.F.; Banjo, O.A.; Orjinta, A.J.; Oluwole, O.M.; Garuba, H.M. (2020) Microbiological assessment of indoor air quality of science laboratories in Olabisi Onabanjo University, Ago-Iwoye, Ogun State, Nigeria. *Equity j. sci. technol.*, 7, 66-70.
- [12] Kim, K.H.; Kabir, E.; Jahan, S.A. (2017). Airborne bioaerosols and their impact on human health. *J. Environ. Sci.*, 67, 23-35. DOI: [10.1016/j.jes.2017.08.027](https://doi.org/10.1016/j.jes.2017.08.027)
- [13] Kumar, P.; Singh A.B; Singh R. (2022). Comprehensive health risk assessment of microbial indoor air quality in microenvironments. *PLoS One*, 17. DOI: [10.1371/journal.pone.0264226](https://doi.org/10.1371/journal.pone.0264226)
- [14] Miller JN, Miller JC. (2005). *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*. 5a ed. Pearson Education.
- [15] Nejadkoorki F, editor. *Current Air Quality Issues*. InTech; 2015. DOI: [10.5772/58743](https://doi.org/10.5772/58743)
- [16] Ohagim PI, Ikon GM, Matthew PC, Ohagim GA. (2017). Microbiological Assessment of Indoor Air in Public Toilets Across Selected Motor Parks in Owerri Metropolis, Nigeria. *Clin. biotechnol. microbiol.* 1(2): 93-98. DOI: [10.15406/jmen.2017.05.00166](https://doi.org/10.15406/jmen.2017.05.00166)
- [17] Pasquarella C, Pitzurra O, Savino A. (2000). The index of microbial air contamination. *J. Hosp. Infect.* 46(4): 241-256. DOI: [10.1053/jhin.2000.0820](https://doi.org/10.1053/jhin.2000.0820)
- [18] Salim, D.K. (2020). Study of microbial air contamination in biological laboratories/college of science. *Eur. j. mol. clin. med.*, 7, 123-129.
- [19] Seseña S, Rodríguez AM, Palop ML. (2022). Indoor air quality analysis in naturally ventilated university training laboratories: a health risk assessment. *Air Qual. Atmos. Health.* 15(10): 1817-1837. DOI: [10.1007/s11869-022-01220-0](https://doi.org/10.1007/s11869-022-01220-0)
- [20] Sharma A, Goel A. (2022). Mucormycosis: risk factors, diagnosis, treatments, and challenges during COVID-19 pandemic. *Folia Microbiol.* 67(1): 363-387. DOI: [10.1007/s12223-021-00934-5](https://doi.org/10.1007/s12223-021-00934-5)
- [21] Stryjakowska, S.M.; Piotraszewska, P.A.; Szyszka, A.; Nowicki, M.; Filipiak, M. (2007). Microbiological Quality of Indoor Air in University Rooms. *Polish J. of Environ. Stud.*, 16, 623-632. DOI: [10.12980/APJTB.4.2014C807](https://doi.org/10.12980/APJTB.4.2014C807)
- [22] Vargas FT, Kuno VA. (2014). Morfología bacteriana. *Rev. Act. Clin.*, 49(2): 2594-2598.
- [23] Visiage CM, Houbrake J, Frisvad JC, Hong SB, Klaassen CHW, Perrone G (2014). Identification and nomenclature of the genus *Penicillium*. *Stud. Mycol.* 78(1): 343-371. DOI: [10.1016/j.simyco.2014.09.001](https://doi.org/10.1016/j.simyco.2014.09.001)
- [24] WHO guidelines for indoor air quality: selected pollutants. Available online:

<https://wedocs.unep.org/20.500.11822/8676> (accessed on 28 November 2022).

[25] Wolny, K.K.; Malinowski, M.; Pieklik, A.; Kurpaska, S. (2017). Microbiological air contamination in university premises and the evaluation of drug resistance of staphylococci occurring in the form of a bioaerosol. *Indoor Built Environ.*, 25, 235-246. DOI: [10.1177/1420326X17748463](https://doi.org/10.1177/1420326X17748463)



VISIÓN **UANL**
2040

