



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

UNIVERSIDAD AUTONOMA DEL ESTADO DE MORELOS

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS E INGENIERÍA

**Síntesis y caracterización de TiO_2 dopado
con hierro y cobre y su aplicación en la
degradación fotocatalítica del colorante tipo
azo amarillo ácido 36.**

TESIS

Que para obtener el título de
Licenciatura en Ingeniería Química

P R E S E N T A

Zayda Abigail Uribe Rosales

DIRECTORA DE TESIS

Elsa Carmina Menchaca Campos

DIRECTORA ADJUNTA

Susana López Ayala



Facultad de Ciencias
Químicas e Ingeniería



CUERNAVACA MORELOS, 21 DE FEBRERO 2024

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios por protegerme durante todo mi camino y darme fuerzas para superar obstáculos y dificultades a lo largo de toda mi vida.

Mi más profundo agradecimiento a mis directoras de tesis, la Dra. Elsa Carmina Menchaca Campos y la Dra. Susana López Ayala por su paciencia, dedicación, motivación, confianza y apoyo en la realización de la tesis. Contribuyeron a mi experiencia del gratificante camino de la investigación.

También me gustaría agradecer a la Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería por abrirme las puertas y brindarme la oportunidad de avanzar y finalizar mi carrera profesional. A la Dra. Fernanda Morales Guzmán por siempre estar pendiente de los graduados, su apoyo y comprensión en los tramites a lo largo de la carrera. Agradezco al Centro de Investigación en Ingenierías y ciencias aplicadas de la UAEM por su constante apoyo, su fe en mis habilidades y su disposición para ayudarme, ha sido fundamental para la finalización de esta tesis.

Asimismo, quisiera expresar mi gratitud a todas las personas que contribuyeron con el desarrollo de mi investigación. Agradezco a todos los que me ayudaron a recopilar datos y a aquellos que dedicaron su tiempo a revisar mi trabajo. Los comentarios de mejora, y las sugerencias, esta tesis no sería la que es sin sus recomendaciones; a la Dra. Maribel Ocampo por el apoyo en las pruebas de COT, al Mtro. José Campos Álvarez por el apoyo del equipo de fotorespuesta, al Ing. Rogelio Moral Elvira por el apoyo en realizar STEM, al Dr. René Guardián Tapia por apoyo en realizar XRD, al Dr. César Augusto García

Pérez por su apoyo en el laboratorio y al Dr. Omar Alejandro González Noriega por su apoyo en el laboratorio.

A mis compañeros en el laboratorio Citlali García, Aranza Salcedo, Marisol Martínez, Emiliano Álvarez, Gabriela Castro y Ulises Gómez por hacer un buen ambiente laboral y por apoyar cuando se necesitara.

Un sincero agradecimiento a todos mis amigos y familiares que estuvieron conmigo en los momentos de estrés y alegría durante este largo y retador camino. Su apoyo, confianza, soporte y cariño han sido invaluable. Cada uno de ustedes ha contribuido a mi fortaleza y ánimo de una manera u otra.

DEDICATORIAS

A mi madre Teresa Rosales Nava a quien jamás encontraré la forma de agradecer por todos sus esfuerzos, sus desvelos, sus sacrificios y en especial su cariño. Gracias por guiar mi camino y estar siempre junto a mí en los momentos difíciles, por compartir tristezas y alegrías, éxitos y fracasos, por todos los detalles que me has brindado durante mi vida como estudiante y por hacer de mí lo que soy ahora.

A mi padre Damaso Uribe Castro que, aunque físicamente ya no está, me sigue enseñando, inspirando y mostrando mi camino. Sé que estarías muy orgulloso de mi, siempre estarás en mi corazón y en cada logro.

A mi hermana la Mtra. Ana Iris Uribe Rosales y a mi hermano el Lic. Oscar Agustín Orduña Amaral por acompañarme en este duro camino, por apoyarme desde principio hasta fin, por ser tan buenos y admirables, por compartir tristezas y alegrías y sobre todo por su amor incondicional.

A mi abuelita Virginia Nava Ocampo por el amor que me ha dado, por sus consejos y por su apoyo incondicional.

A mi pareja el P.A Jared Aldair Luna García por estar a mi lado en los momentos de incertidumbre, por entenderme, por apoyarme en todo momento y por su amor incondicional. Gracias por hacerme reír y por ser mi aliado en este largo camino.

Les agradezco por estar siempre en mi vida no sólo aportando buenas cosas, sino también por su gran apoyo en esta etapa de mi vida.

RESUMEN

En este proyecto se sintetizaron mediante el proceso sol-gel nanocristales de Titania dopada con hierro y cobre para su uso en la degradación fotocatalítica del colorante amarillo ácido 36. Los nano materiales se caracterizaron mediante XRD, SEM, STEM, fotorespuesta y caracterización óptica. Se confirmó una buena dispersión de los dopantes (Cu y Fe), ya que XRD no mostró picos de CuO o FeO. Mediante STEM se observaron cristales de Titania de 11 a 22 nm cuyas dimensiones se confirmaron con la fórmula de Sherrer usando los difractogramas de XRD. Con las mediciones de fotorespuesta, de transmitancia y la obtención de E_g , se pudo verificar la actividad de los dopantes. Para las pruebas de degradación del colorante tipo azo amarillo ácido 36 (AA 36), se obtuvo la curva de calibración usando el punto máximo de absorción para monitorear su concentración en el transcurso de la reacción. Se obtuvieron los parámetros de operación (temperatura, concentración de peróxido de hidrógeno, cantidad de catalizador y pH) y así obtener las condiciones de mayor eficiencia. Por último, se realizó un estudio cinético con las nanopartículas dopadas y sus blancos, con ello se encontró que el material con mejor desempeño fue $np\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$, a una temperatura de 60°C, con 2,250 mg/L de H_2O_2 a un pH de 5, con una constante de velocidad de reacción de 0.1827. Los resultados confirmaron la decoloración total de AA36 en 24 minutos de reacción, con las condiciones optimizadas y el carbono orgánico total que mostró un 65 % de degradación.

ABSTRACT

In this project, titanium nanocrystals doped with iron and copper were synthesized by the sol-gel process for use in the photocatalytic degradation of the acid yellow dye 36. The nano materials were characterized by XRD, SEM, STEM, photoresply and optical characterization. A good dispersion of the dopants (Cu and Fe) was confirmed, since XRD did not show CuO or FeO peaks. Through STEM, Titanium crystals of 11 to 22 nm were observed whose dimensions were confirmed with the Sherrer formula using the XRD diffractograms. With the measurements of photoresponse, transmittance and the obtaining of E_g , the activity of the dopants could be verified. For the degradation tests of the acid yellow azo dye 36 (AA 36), the calibration curve was obtained using the maximum absorption point to monitor its concentration in the course of the reaction. The operating parameters (temperature, concentration of hydrogen peroxide, amount of catalyst and pH) were obtained and thus obtain the conditions of greatest efficiency. Finally, a kinetic study was carried out with the doped nanoparticles and their targets, with which it was found that the best performing material was np - Fe₂O₃ - CuO - TiO₂, at a temperature of 60°C, with 2,250 mg/L of H₂O₂ at a pH of 5, with a reaction rate constant of 0.1827. The results confirmed the total discoloration of AA36 in 24 minutes of reaction, with the conditions optimized and the total organic carbon showing 65% degradation.

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	5
1. INTRODUCCIÓN	15
1.1 <i>Antecedentes</i>	15
1.2 <i>Problemática</i>	18
1.3 <i>Justificación</i>	19
1.4 <i>Hipótesis</i>	21
1.5 <i>Objetivo General</i>	21
1.6 <i>Objetivos Específicos</i>	21
2. MARCO TEÓRICO	23
2.1 <i>TiO₂</i>	23
2.2.1 <i>TiO₂ Dopado / Acoplado con óxidos de metal</i>	25
2.2.2 <i>Sistema CuO-TiO₂</i>	28
2.2 <i>Colorantes</i>	29
2.1.1 <i>Clasificación Química de los colorantes</i>	31
2.1.2 <i>Clasificación de los colorantes por su método de aplicación</i>	33
2.1.3 <i>Colorantes tipo azo</i>	36
2.1.3 <i>Colorante amarillo ácido 36</i>	38
2.3 <i>Síntesis sol-gel de xerogeles calcinados</i>	40
2.3.1 <i>Síntesis sol gel por la ruta polimérica</i>	42

2.3.2	Variables de la síntesis sol-gel por la ruta polimérica.	44
2.3.3	Materiales nanocristalinos de TiO ₂	46
2.4	<i>Catálisis y fotocatálisis heterogénea con materiales de TiO₂ dopado.....</i>	<i>48</i>
2.4.1	Catálisis química.....	48
2.4.2	Fotocatálisis.	49
2.5	<i>Procesos de Oxidación Avanzada en la remoción de colorantes.....</i>	<i>50</i>
2.5.1	Radicales hidroxilo y especies altamente oxidantes de O ₂	52
2.5.2	Reacciones tipo Fenton	54
2.6	<i>Parámetros de operación que afectan la eficiencia en la degradación de aguas.55</i>	<i>55</i>
2.6.1	Temperatura.....	55
2.6.2	Cantidad de H ₂ O ₂	56
2.6.3	pH	56
2.7	<i>Orden de reacción</i>	<i>56</i>
2.8	<i>Técnicas de caracterización de materiales.....</i>	<i>57</i>
2.8.1	Difracción de Rayos X, (XRD).....	57
2.8.2	Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	58
2.8.3	Caracterización óptica Transmitancia (T)	58
2.8.4	COT	58
3.	METODOLOGÍA	59
3.1	<i>Síntesis sol-gel nano-Titania (np-TiO₂) y nano-Titania dopada (np-Fe₂O₃-CuO- TiO₂)</i>	<i>59</i>
3.1.1	Reactivos.....	59

3.1.1.1 Cloruro Ferroso Tetrahidratado	59
3.1.1.2 Cloruro Cúprico Dihidratado.	59
3.1.1.3 Alcohol Etílico Absoluto.	60
3.1.1.4 Isopropóxido de Titanio.....	60
3.1.1.5 Ácido clorhídrico.....	60
3.1.1.6 Agua destilada.....	61
3.1.2 Obtención de nanopartículas de anatasa	61
3.1.2.3 Esquema de la síntesis.....	64
3.1.3 Caracterización de materiales.....	65
Caracterización estructural y morfológica	65
3.2 <i>Degradación del colorante AA36.</i>	66
3.2.1 Obtención del pico de absorción y la curva de calibración.....	66
3.2.2 Obtención de los parámetros de operación.....	66
3.2.2.1 Pruebas de temperaturas.	66
3.2.2.2 Pruebas de concentración de H ₂ O ₂	66
3.2.2.3 Pruebas a diferentes pH.	67
3.2.2.3 Pruebas con los blancos.....	67
3.2.2.4 Pruebas fotocatalíticas y catalíticas.	67
4. RESULTADOS.....	68
4.1 <i>Caracterización de materiales</i>	68
4.1.1 XRD	68
4.1.2 SEM.....	71
4.1.3 Caracterización Óptica	74

4.1.4 Foto respuesta	75
4.2. <i>np-TiO2 dopado en la degradación fotocatalítica del colorante Amarillo Ácido</i> 36	
.....	76
4.2.1 Obtención de la curva de calibración	76
4.2.2 Efecto de la temperatura en la degradación de AA36.....	77
4.2.3 Efecto de la dosis de H ₂ O ₂ en la degradación de AA36.....	78
4.2.4 Efecto del pH en la degradación de AA36	79
4.2.5 Degradación con los parámetros optimizados.....	81
4.2.6 Degradación fotocatalítica con los blancos.....	82
4.2.7 Comparación de los sistemas catalítico y fotocatalítico.	83
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	85
<i>Conclusiones</i>	85
<i>Recomendaciones</i>	86
6. REFERENCIAS.....	87
<i>Anexo A</i>	98

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Propiedades de TiO ₂ . (Abella, 2015).....	16
Tabla 2.1. Clasificación de colorantes por estructura.....	31
Tabla 2.2. Clasificación de colorantes por método de aplicación.	34
Tabla 2.3. Grado de fijación de colorantes.	35
Tabla 2.4. Clasificación de los procesos de oxidación avanzada (POAs).....	52
Tabla 4.1. Tamaño de cristal	70
Tabla 4.2. Cinética con respecto a la temperatura.....	78
Tabla 4.3. Cinética con respecto a la concentración de H ₂ O ₂	79
Tabla 4.4. Cinética con respecto al pH.	80

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Formas polimórficas de TiO_2	25
Figura 2.2. Diagrama energético de un semiconductor durante la fotoexcitación. 27	
Figura 2.3. Esquemmatización de la degradación de AA36 con la unión de TiO_2 dopado con cobre.	27
Figura 2.4. Clasificación de los materiales colorantes.	31
Figura 2.5. Diazotación de amina primaria aromática para la formación de colorantes azoicos.	38
Figura 2.6. Estructura química del colorante Amarillo Ácido 36.	38
Figura 2.7. Resultado del proceso Sol-Gel: Aero gel y Xerogel.....	41
Figura 2.8. Esquema del proceso Sol-Gel.....	42
Figura 2.9. Formación de redes de óxidos por hidrólisis y polimerización por condensación de H_2O de alcóxidos de metal.....	47
Figura 2.10. Fotocatálisis.	50
Figura 2.11. Especies reactivas derivadas de oxígeno	53
Figura 3.1. Reactivo Cloruro Ferroso	59
Figura 3.2. Reactivo Cloruro Cúprico	59

Figura 3.3. Reactivo Alcohol Etilico.....	60
Figura 3.4. Reactivo Isopropoxido de Titanio.....	60
Figura 3.5. Geles de Anatasa. a) Gel np – TiO₂ , b) Gel np–CuO – TiO₂ , c) Gel np – Fe₂O₃ –TiO₂ y d) Gel np - Fe₂O₃-CuO –TiO₂.....	62
.....	62
Figura 3.6. Xerogeles calcinado de a) np - TiO₂ , b) np –CuO –TiO₂ , c) np–Fe₂O₃ – TiO₂ y d) np - Fe₂O₃ – CuO -TiO₂.....	63
Figura 3.7. Síntesis de <i>np – Fe₂O₃– CuO - TiO₂</i>.....	64
Figura 3.8. Portaobjetos con nanomateriales utilizados en fotorespuesta.....	65
Figura 4.1 . Resultados de XRD de nanomateriales.	69
Figura 4.2 . JCPDS 21-1272 TiO₂ fase Anatasa.....	70
Figura 4.3. a) SEM y b) STEM np-TiO₂	71
Figura 4.4. a)SEM y b)STEM np -Cuo -TiO₂.....	72
Figura 4.5. STEM a) np-TiO₂-Fe₂O₃ y b) np- Fe₂O₃-CuO- TiO₂	73
Figura 4.6 . Resultados de caracterización óptica de nanomateriales. (Transmitancia).....	74
Figura 4.7. Resultados de fotorespuesta de nanomateriales.....	75

Figura 4.8. Curva de calibración del colorante AA36.	76
Figura 4.9. Pruebas de Temperatura.....	77
Figura 4.10. Efecto de la dosis de H₂O₂ en la degradación de AA36.	78
Figura 4.11. Efecto del pH en la degradación de AA36.....	80
Figura 4.12. Degradación con los parámetros optimizados.....	81
Figura 4.13. Resultados de degradación con los parámetros optimizados a los nanomateriales.	82
Figura 4.14. Resultados de degradación con los parámetros optimizados con luz UV y en oscuridad.....	83
Figura 6.1. EDS np-TiO₂.	98
Figura 6.2. EDS np-CuO-TiO₂.	99
Figura 6.3. EDS np- Fe₂O₃ -TiO₂	100
Figura 6.4. EDS np- Fe₂O₃-CuO-TiO₂	101

1. INTRODUCCIÓN.

1.1 Antecedentes.

El dióxido de Titanio o Titania (TiO_2) es un material de gran interés debido a su estabilidad química y su capacidad para resistir condiciones ácidas o alcalinas sin deterioro. Esta propiedad lo hace atractivo para diversas aplicaciones. Además, el TiO_2 no se degrada fácilmente y no es susceptible al envenenamiento, lo que lo convierte en una opción confiable y duradera. Su síntesis es segura, sencilla y económicamente viable, lo que facilita su producción a gran escala. (López-Ayala, 2011)

Una de las características más destacadas del TiO_2 es su habilidad para participar en reacciones de óxido-reducción. Esto significa que puede funcionar como un agente oxidante o reductor, lo que lo vuelve versátil en diversas reacciones químicas. Esta capacidad de participar en reacciones redox ha llevado a la aplicación del TiO_2 en diversas áreas, como fotocátalisis, celdas solares, sensores y procesos de purificación de agua. (López-Ayala, 2011)

En la naturaleza el titanio es abundante, pero se encuentra en forma de óxidos, siendo el dióxido de titanio (TiO_2) y la ilmenita ($\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$) los más comunes. El TiO_2 tiene tres formas cristalinas conocidas: rutilo (tetragonal), anatasa (tetragonal) y bruquita (ortorómbica). (Abella, 2015)

Entre estas formas cristalinas, el rutilo es considerado el más estable, mientras que la anatasa y la bruquita se transforman en rutilo bajo condiciones de calentamiento. Aunque existe similitud entre la anatasa y la brookita, la última se encuentra en menor proporción

y no presenta una actividad fotocatalítica significativa cuando se utiliza con luz UV. Por lo tanto, tanto el rutilo como la anatasa son las formas más utilizadas en aplicaciones industriales. (Abella, 2015)

En términos de banda prohibida, el rutilo presenta la más pequeña, con una energía de 3,0 eV (equivalente a una longitud de onda de 413 nm). Por otro lado, la anatasa tiene una banda prohibida más amplia, con una energía de 3,2 eV (equivalente a una longitud de onda de 388 nm). Ambas energías de banda prohibida se encuentran cerca del límite entre la luz UV de longitud de onda larga (315-400 nm) y la luz visible (400-700 nm). (Abella, 2015)

Tabla 1.1 Propiedades físicas de TiO₂. (Abella, 2015)

	Rutilo	Anatasa	Bruquita
Peso Molecular [g/mol]	79.89	79.89	79.89
Sistema Cristalino	Tetragonal	Tetragonal	Ortorrómbico
Celda Unitaria			
a [Å]	45845	37842	9184
b [Å]			5447
c [Å]	29533	95146	5145
Volumen molar [m³/mol]	62.07	136.25	257.38
Densidad [kg/m³]	4230	3895	4123

Las oportunidades de uso del TiO₂ son amplias; debido a sus características, se ha comprobado recientemente que este óxido puede ser aplicado en diversas áreas de la biomedicina. Por ejemplo, se ha utilizado en la ingeniería de tejidos para descomponer contaminantes emergentes, degradar compuestos no biodegradables presentes en

aguas residuales y eliminar bacterias coliformes en efluentes. Además, se ha encontrado que el TiO_2 puede ser utilizado en procesos de sensibilización, entre otros usos. (Moreno et al., 2009; García, 2015; Pantoja-Espinoza et al, 2015; Pantoja-Espinoza, 2015; Tomás et al., 2023).

El TiO_2 también ha sido usado en la fotocatalisis como soporte de catalizadores, en estudios con diferentes catalizadores se demostró una mayor velocidad de reacción y los catalizadores soportados en TiO_2 mostraron mayor actividad que los que no eran soportados por TiO_2 . También se encontró sinergia ya que se demostró que el TiO_2 también actúa como promotor en la reacción. (García et al., 2012; Brito, 2011)

En la degradación de colorantes orgánicos, se han utilizado diversas tecnologías de tratamiento terciario, como la nanofiltración, microfiltración y electrocoagulación, así como procesos avanzados de oxidación, como la catálisis y fotocatalisis heterogénea y homogénea, para tratar aguas residuales. En estos estudios, se evaluó la degradación del colorante midiendo la mineralización de los compuestos mediante técnicas como COT, DBO y DQO. Lo cual ha demostrado que la aplicación de estas metodologías disminuye la concentración de colorante en los efluentes tratados. (Pavas et al., 2007; Giraldo et al., 2005)

Los colorantes son sustancias químicas orgánicas que se emplean de manera extensa en varios sectores industriales, tales como la fabricación de textiles, cuero y plásticos. No obstante, a pesar de su utilidad, estos compuestos presentan un problema importante debido a su alta contaminación y los posibles efectos perjudiciales que pueden tener tanto para la salud humana como para el medio ambiente. (Giraldo et al., 2004)

1.2 Problemática.

La contaminación causada por los residuos de colorantes provenientes de industrias como la alimentaria, de pinturas y en especial de la industria textil ya que es la mayor responsable de la generación de efluentes coloreados es un problema grave que afecta a fuentes de agua dulce como ríos, lagos y acuíferos subterráneos. La presencia de colorantes en estos cuerpos de agua tiene consecuencias ambientales significativas. Por un lado, dificultan la difusión del oxígeno y la penetración de la luz, lo que afecta negativamente a los ecosistemas acuáticos. Además, la presencia de colorantes genera un aspecto antiestético en el agua y puede afectar la calidad del recurso hídrico. (Churata, 2017; Moreno et al., 2012)

En particular, los colorantes textiles requieren una atención especial debido a que utilizan colorantes con estructuras químicas complejas y persistentes. Uno de los tipos de colorantes más utilizados en la industria textil son los azoicos, que se caracterizan por tener un grupo (-N=N-) en su estructura, junto con anillos aromáticos en ambos extremos. Estos colorantes azoicos son considerados persistentes en el ambiente debido a su resistencia a la degradación y algunos de sus precursores o subproductos pueden presentar propiedades cancerígenas. (Churata, 2017)

Entre el 60 y el 70% de los colorantes utilizados en la industria textil en la actualidad son compuestos aromáticos con una estructura principal que incluye un grupo azo. Esta composición plantea la necesidad de tomar medidas adecuadas para evitar su liberación en el agua durante los procesos de fabricación y tratamiento de textiles, con el fin de proteger los ecosistemas acuáticos y preservar la salud humana. En este sentido, es

crucial implementar enfoques de tratamiento de aguas residuales eficientes en las plantas textiles para eliminar o reducir significativamente la presencia de colorantes antes de su descarga al medio ambiente. (Morales, 2018)

El amarillo ácido 36, un colorante sintético muy utilizado en la industria textil debido a su bajo costo y disponibilidad ha despertado preocupación debido a sus efectos dañinos en el medio ambiente, especialmente en el agua. (Morales, 2018)

La fabricación de estos colorantes tipo azo comienza con la diazotación de una amina primaria aromática, lo que produce la sal de diazonio. Existen otros métodos de síntesis de colorantes azo, como la reducción de derivados nitroaromáticos en medio alcalino, la reducción de compuestos nitrosos con hidruro de litio y aluminio, entre otros. (Garzón, 2023; Morales, 2018)

1.3 Justificación.

La eliminación de los colorantes se ha convertido en un área de investigación activa en los campos de la química y la ingeniería química. Una de las técnicas más prometedoras para abordar este desafío es la fotocatalisis; donde se utiliza la luz para activar un fotocatalizador capaz de oxidar y degradar los compuestos orgánicos. (Morales, 2018)

Entre los fotocatalizadores más utilizados se encuentran los dióxidos de titanio (TiO_2), debido a su elevada estabilidad química y su alta eficiencia en la conversión de energía luminosa. La fotocatalisis utilizando TiO_2 ha sido exitosamente utilizada en la degradación de diferentes colorantes textiles, logrando resultados prometedores en la eliminación eficiente de estos compuestos en ambientes acuosos. (Morales, 2018).

Tiene la desventaja de que para su activación usa luz UV, pero con el uso de dopantes es posible obtener buena actividad fotocatalítica en la región visible. Sin embargo, a pesar de que es un excelente fotocatalizador, también puede tener actividad catalítica, si hace sinergia con otros catalizadores. Un catalizador tiene la capacidad de acelerar considerablemente una reacción química o modificar la distribución de productos, favoreciendo la producción de uno en particular, sin ser consumido en el proceso. Los catalizadores logran esto al proporcionar un mecanismo alternativo que implica un estado de transición distinto y una menor energía de activación (Zanella, 2014).

Los óxidos metálicos se utilizan tanto por sus propiedades ácido-base como redox y constituyen la familia más grande de catalizadores en catálisis heterogénea. Los metales y los óxidos metálicos forman la mayor parte de los catalizadores empleados para muchas conversiones sintéticas. Los metales de los grupos nobles y de transición se utilizan con frecuencia como catalizadores y su actividad se ha atribuido a la configuración electrónica externa. (Gawande et al., 2012)

Se ha comprobado que la incorporación o dopación con metales como cobre y hierro a la estructura del TiO_2 puede mejorar y potenciar de manera significativa sus propiedades eléctricas, ópticas, magnéticas, estructurales y fotocatalítica. Por lo tanto, el dopado con cobre y hierro también incrementa la capacidad de TiO_2 para aprovechar la energía de la luz visible y llevar a cabo reacciones fotocatalíticas, lo que resulta en una mayor eficiencia en la eliminación de contaminantes orgánicos en sistemas acuosos. (López & Rincón, 2011; López et al., 2015).

Por este motivo en esta tesis se explora la actividad fotocatalítica de $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$ en la degradación del colorante AA36.

1.4 Hipótesis.

La Titania dopada con hierro y cobre $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$ es más eficiente en la degradación del colorante amarillo ácido 36 que el np-CuO-TiO_2 , $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y np-TiO_2 y existe poca diferencia en eficiencia del sistema fotocatalítico con luz difusa y luz UV, por lo que es más adecuado la degradación fotocatalítica con luz difusa.

1.5 Objetivo General.

Sintetizar y caracterizar $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$, np-CuO-TiO_2 , $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y np-TiO_2 ; para degradar al amarillo ácido 36 (AA36) con $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$, y comparar su eficiencia con los blancos de np-CuO-TiO_2 , $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y np-TiO_2 .

1.6 Objetivos Específicos.

- Sintetizar y caracterizar nanopartículas de Titania dopada con hierro y cobre mediante la síntesis sol-gel.
- Determinar los parámetros de operación (temperatura, concentración de peróxido y pH de trabajo), más eficientes para la degradación catalítica del colorante AA36 con $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$.
- Comprobar la mejor eficiencia de degradación del catalizador de $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$ con respecto a np-CuO-TiO_2 , $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y np-TiO_2 con el sistema fotocatalítico.

- Comparar la eficiencia del sistema fotocatalítico (luz difusa y luz UV) con el catalítico (en la oscuridad) para conocer la diferencia en eficiencia entre los sistemas.

2. MARCO TEÓRICO.

2.1 TiO₂.

El dióxido de titanio (TiO₂) ha generado un gran interés en los campos de la catálisis y fotocatalisis debido a sus propiedades únicas. Estas características notables incluyen un comportamiento óptico y eléctrico destacado, alta constante dieléctrica, un índice de refracción elevado y una banda prohibida de 3.2 eV en la fase anatasa, se encuentra en la región UV, buena estabilidad, costo reducido y baja toxicidad. Estas propiedades hacen del dióxido de titanio un material extremadamente atractivo para diversas aplicaciones en ciencia de materiales, energía y tecnología. (Barrios et al., 2016; Pant et al., 2019)

Las nanoestructuras basadas en TiO₂ han sido objeto de numerosos estudios en la investigación académica y se han utilizado en diversas aplicaciones; en el campo de energía se usa en energía fotovoltaica y almacenamiento de energía. Además de estas aplicaciones, el TiO₂ también destaca en el ámbito químico, se utiliza en pinturas y recubrimientos como pigmento color blanco en la fabricación de pinturas y en la coloración de alimentos ya que ya que proporciona una alta cobertura y resistencia a la luz solar. (Pant et al., 2019)

En el campo médico, se utiliza para fabricar materiales quirúrgicos, implantes dentales y prótesis óseas debido a su compatibilidad con el cuerpo humano y su resistencia a la corrosión, también es utilizado para inhibir bacterias E.Coli y células tumorales del cáncer. En la cosmética el TiO₂ se utiliza en productos como protector solar, polvos y

lociones, ya que protege la piel de los rayos UV y en la electrónica el TiO_2 se utiliza en dispositivos como transistores, diodos y células solares, ya que es un buen conductor de la electricidad. Es importante destacar que el TiO_2 ha mostrado ser especialmente útil en la degradación de contaminantes emergentes, la eliminación de compuestos no biodegradables en aguas residuales y la inactivación de bacterias coliformes en efluentes. (Berrones, 2019; Pant et al., 2019; Ingaruca, 2021)

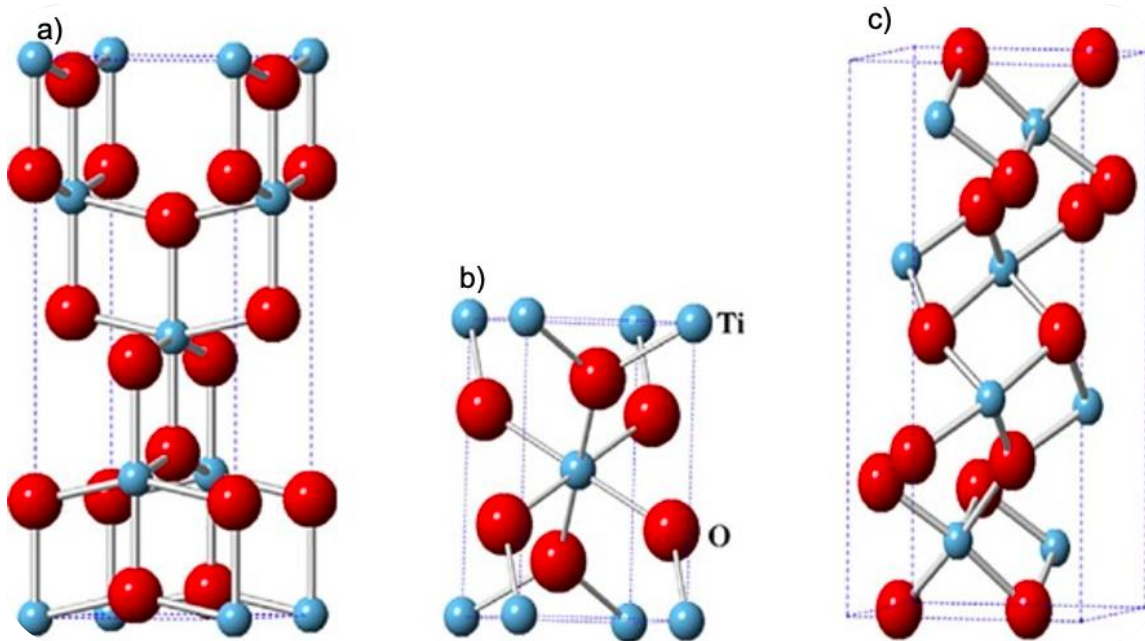
El TiO_2 se presenta en tres formas polimórficas diferentes: anatasa, rutilo y bruquita. (Figura 2.1) Sin embargo, la fase anatasa es la más comúnmente utilizada en la fotocatalisis. Es necesario tener control sobre la transición entre estas fases, ya que la anatasa tiene características únicas que lo hacen muy adecuado para aplicaciones en optoelectrónica, células solares y fotocatalisis. Estas características incluyen una mayor superficie, una banda prohibida más estrecha, una mayor movilidad de las cargas y una actividad fotocatalítica superior en comparación con las otras fases. Se ha observado que el rutilo es más estable en cuanto al tamaño en escala microscópica, mientras que la estructura de la anatasa es termodinámicamente más estable cuando el tamaño de los cristales es menor a 14 nm. (Torres et al., 2011; Berrones, 2019; Ahmad et al., 2023)

Las nanopartículas amorfas de TiO_2 se transforman en anatasa cuando los cristales alcanzan un tamaño superior a 2.5-3 nm. Se ha demostrado que la transición entre anatasa y rutilo depende de: los reactivos, las condiciones de síntesis, la forma y tamaño de las partículas. (Torres et al., 2011)

La eficiencia del TiO_2 está fuertemente relacionada con su estructura cristalina y morfológica, por lo que el método de síntesis desempeña un papel crucial. Durante su

síntesis, se han utilizado diferentes elementos químicos como dopantes, especialmente metales y semiconductores, debido a que actúan como aceptores de electrones y reducen la recombinación de las cargas generadas. (Torres et al., 2011)

Figura 2.1. Formas polimórficas de TiO_2 . a) Anatasa, b) Rutilo y c) Bruquita. (Etacheri et al., 2015)



2.2.1 TiO_2 Dopado / Acoplado con óxidos de metal.

El TiO_2 en forma de anatasa es el catalizador más comúnmente utilizado en la investigación y desarrollo de procesos fotocatalíticos. A pesar de sus múltiples beneficios, el TiO_2 tiene una energía de banda prohibida de alrededor de 3.2 eV, lo que limita su efectividad a radiaciones de hasta 385 nm, impidiendo su aplicación en la irradiación visible. Para ampliar su campo de aplicación, se pueden utilizar nanocompuestos de TiO_2 junto con otros semiconductores o dopar el TiO_2 con metales.

En algunos casos, el TiO_2 dopado puede ser reciclado y reutilizado en diversos ciclos fotocatalíticos. (Pacheco et al., 2014)

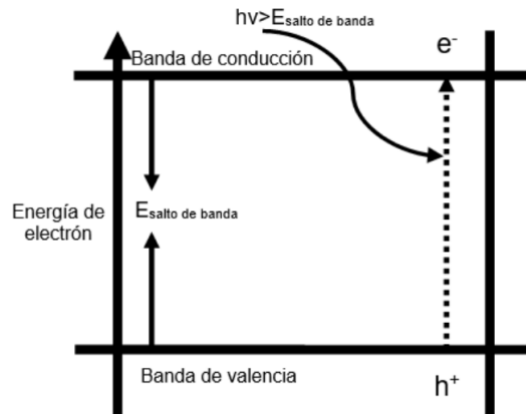
La adición de dopantes ha sido ampliamente estudiada tanto a nivel experimental como teórico. Estos dopantes pueden ser no metales como S, N, C, entre otros, así como metales de transición como Cu, Fe, Co, Ni, entre otros. Mediante extensas investigaciones se ha llegado a establecer que el dopaje aparentemente puede mejorar la catálisis, fotocatalisis, propiedades eléctricas y ópticas del TiO_2 . (Manzoor et al., 2018)

La incorporación de iones metálicos en películas de TiO_2 mediante el proceso de dopaje se ha convertido en un área de investigación fascinante debido a sus aplicaciones clave en catálisis solar, células solares, agentes antimicrobianos, sensores, superficies autolimpiantes y remediación ambiental. (Ahmad et al., 2023)

El proceso de dopaje implica modificar la estructura cristalina del material en lugar de realizar cambios en la superficie. Al agregar metales al TiO_2 a través del dopaje, se introduce un nuevo nivel de energía en su banda prohibida debido a la presencia de nanopartículas metálicas en su matriz. (Torres et al., 2011)

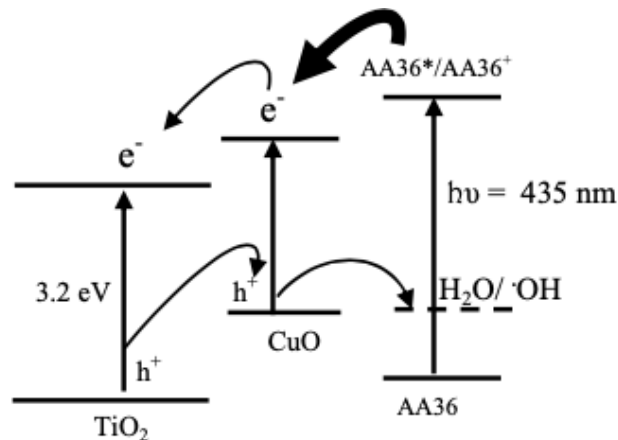
Estas nanopartículas pueden actuar como trampas para los electrones generados por la radiación luminosa, evitando su recombinación con huecos positivos y mejorando así la actividad fotocatalítica (Figura 2.2). Se han desarrollado fotocatalizadores basados en TiO_2 para la degradación de moléculas orgánicas en solución acuosa mediante la mezcla de fases y el dopado con metales y no-metales. (Torres et al., 2011; Escobar-Alarcón & Solís-Casados, 2021)

Figura 2.2. Diagrama energético de un semiconductor durante la fotoexcitación. (López-Ayala, 2011).



La decoración de la superficie del fotocatalizador consiste en la incorporación de nanopartículas de metales nobles, semiconductores o polímeros, entre otros, a las nanoestructuras de TiO_2 . Esto puede resultar en la formación de una heterounión que altera las propiedades del semiconductor o proporciona niveles de energía adecuados para la inyección de cargas, lo que aumenta la eficiencia y la actividad fotocatalítica en las reacciones de transferencia de carga (Figura 2.3). (Nevárez-Martínez et al., 2017)

Figura 2.3. Esquematización de la degradación de AA36 con la unión de TiO_2 dopado con cobre. (López-Ayala, 2011)



2.2.2 Sistema CuO-TiO₂.

El sistema CuO-TiO₂ ha sido utilizado para la degradación de contaminantes, incluyendo colorantes. La disponibilidad y el costo asequible del cobre (Cu), junto con su capacidad para actuar como catalizador en diversas reacciones de oxidación y reducción, hacen que su uso como dopante en matrices de dióxido de titanio sea altamente atractivo. Estas características son especialmente importantes en el ámbito de la fotocatalisis y la conversión de energía solar, ya que la combinación de geometrías bien definidas, partículas de tamaño reducido y una mayor respuesta al espectro de luz puede contribuir a mejorar los dispositivos utilizados en estas aplicaciones. (López-Ayala et al., 2009; Rioja-Leal, 2019)

La adición de cobre y hierro introduce niveles de energía dentro de la brecha de banda del TiO₂, lo que permite la absorción de luz visible y la generación de pares electrón-hueco. Estos pares pueden oxidar y degradar los compuestos orgánicos presentes. Además, el dopado con cobre y hierro aumenta la vida útil de los pares electrón-hueco y reduce la recombinación, lo que resulta en una mayor actividad fotocatalítica. (González-Valbuena., et al 2015)

Diversos estudios científicos han demostrado la efectividad del dopado de TiO₂ con Cu y Fe en la degradación de diferentes tipos de contaminantes. Los catalizadores de cobre soportados en TiO₂ presentan mayor eficiencia en la degradación de colorantes que otros catalizadores, como el TiO₂ puro, tienen mayor estabilidad y son más selectivos lo que permite su uso prolongado en la degradación de colorantes , lo que significa que pueden

degradar selectivamente los contaminantes sin afectar otros componentes del agua. (Durazo, 2018; Deza, 2017)

Para el sistema TiO_2 con Cu y Fe se ha demostrado la degradación por medio de reacciones fotocatalíticas, también de colorantes por medio de reacciones de tipo Fenton. Se evaluó la actividad catalítica de óxidos de hierro soportados en TiO_2 y CuO_2 para la degradación de contaminantes mediante la reacción de Fenton donde se demostró que son efectivos para contaminantes mediante esta reacción. (Garzón et al., 2022; Rodríguez, 2016)

Se ha concluido en un estudio que la incorporación de Cu y Fe en la estructura de TiO_2 mejora significativamente la actividad fotocatalítica y aumenta la eficiencia en la degradación mediante pruebas realizadas a diferentes pH. (Castañeda - Juárez et al., en 2019; López-Ayala & Rincón, 2011)

2.2 Colorantes.

Desde tiempos remotos, el ser humano ha sido capaz de obtener sustancias colorantes a partir de fuentes naturales como plantas, insectos y moluscos. Este conocimiento antiguo se remonta a épocas como la mesopotámica y la egipcia, donde ya se practicaba la extracción de pigmentos para diversos fines. (Zalbidea, 2017)

El azul egipcio, también llamado frita egipcia, Azul de Alejandría y Azul pompeyano, es uno de los pigmentos de origen artificial más antiguos conocidos. Su producción se estima que se remonta alrededor del año 3100 a.C. Los antecedentes de su fabricación

están relacionados con la técnica utilizada para hacer vidrio, ya que estos pigmentos son, en su mayoría, compuestos de silicato de cobre y calcio. (Zalbidea, 2017)

Los colorantes desempeñan un papel importante en diversas industrias, como la textil, farmacéutica, alimentaria y cosmética. Sin embargo, se ha observado que una proporción considerable de los residuos industriales (aproximadamente el 17-20%) está compuesta por efluentes que contienen colorantes. Además, se estima que hasta el 50% de la producción anual de colorantes termina en el medio ambiente, ya sea como efluentes directos o debido a pérdidas durante los procesos de teñido. (Garzón, 2023)

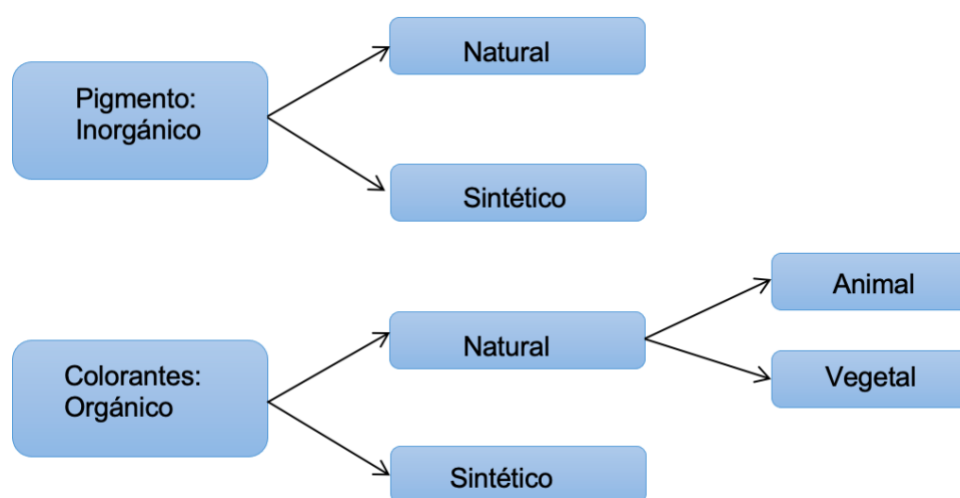
Un colorante se define como una sustancia natural o sintética que, al ser introducida en un medio, interactúa con él y lo tiñe, disolviéndose en dicho medio. Estos compuestos presentan estabilidad química, facilidad de síntesis y una amplia variedad de colores. Además, tienen la capacidad de fijarse a sustratos sólidos, como las fibras textiles, los cueros y las pieles. (Garzón, 2023).

En el mercado global existen numerosos colorantes comerciales disponibles. La gran variedad de colorantes se puede clasificar en orgánicos e inorgánicos (Figura 2.4). Dentro de los orgánicos se pueden clasificar según su estructura química y también según el método de aplicación utilizado en la industria. (Garzón, 2023).

También existe una división entre colorantes sintéticos y naturales, los naturales pueden ser de origen animal o vegetal y ellos son fáciles de degradar o decolorar por métodos de tratamiento en agua convencionales, como son lodos activados. Con el paso del tiempo, los avances tecnológicos y químicos han permitido el desarrollo de una amplia gama de pigmentos y colorantes sintéticos, lo que ha llevado a una mayor diversidad y

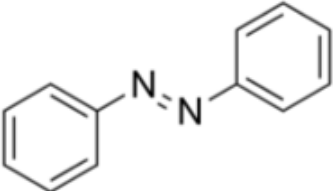
variedad en la paleta de colores disponibles para su uso en diferentes industrias y aplicaciones. Sin embargo, esto tienen en su mayoría una estructura química más estable por lo que su eliminación de aguas mediante tratamientos convencionales es muy difícil y se tiene que recurrir a procesos químicos de oxidación avanzada para su eliminación; tal es el caso de AA36. (Zalbidea, 2017).

Figura 2.4. Clasificación de los materiales colorantes.



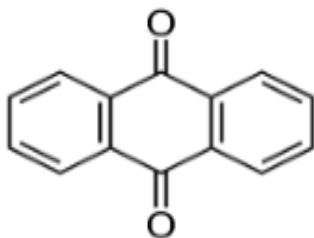
2.1.1 Clasificación Química de los colorantes.

Tabla 2.1. Clasificación de colorantes por estructura.

Familia	Grupo Cromóforo	Descripción
Azoicos		Estos colorantes constituyen una parte fundamental en la industria textil, siendo los más relevantes y representando aproximadamente alrededor del 70% de

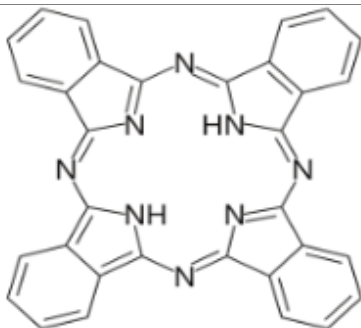
los colorantes orgánicos disponibles en el mercado.

Antraquinonas



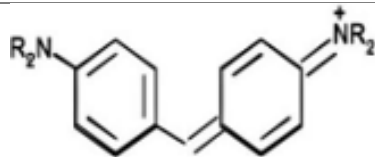
Son quinonas tricíclicas, estos son compuestos derivados del antraceno que generalmente presentan uno o más grupos hidroxilo.

Ftalocianina



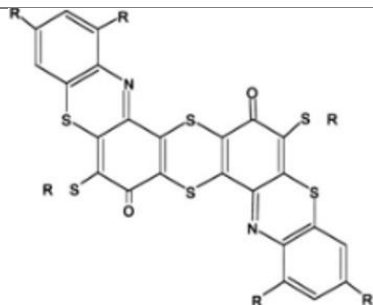
Estos colorantes se componen de la unión de cuatro grupos isoindol, que consisten en dos anillos fusionados: uno de benceno y otro de piridina. Esta unión se lleva a cabo a través de cuatro átomos de nitrógeno, formando un anillo compuesto por 16 átomos en total. De estos, ocho son átomos de nitrógeno y ocho son átomos de carbono, dispuestos en una secuencia alterna con enlaces dobles conjugados.

Ion arilcarbonio

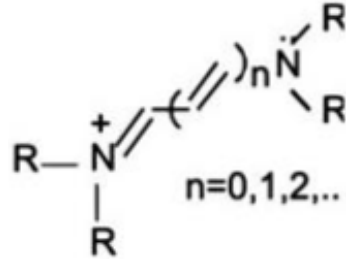


La estructura química de estos colorantes involucra un átomo de carbonilo que está enlazado a dos o tres anillos aromáticos.

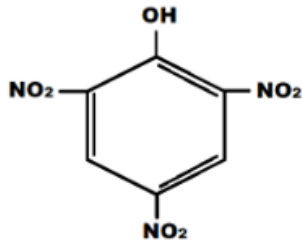
Sulfuro



Estos colorantes son completamente insolubles en agua, pero pueden volverse solubles mediante reducción. Presentan una gama de colores suaves y apagados.

Polimetino

Se clasifican en tres grupos: tintes neutros, catiónicos y aniónicos. En los extremos de su cadena, tienen un grupo donador y un grupo aceptor de densidad electrónica.

Nitro

Este grupo de colorantes son incoloros cuando están aislados, pero adquieren una tonalidad amarillenta debido a la absorción cercana al campo visible causada por grupos auxocromos débiles.

Nota: Se organizan los colorantes según su importancia de uso y su grupo cromóforo, que es el conjunto de átomos responsables de darles color. (Zaruma et al., 2018)

En la industria textil, los colorantes más utilizados son los que pertenecen a la familia de los colorantes azo o azoicos, los cuales se caracterizan por tener un doble enlace de moléculas de nitrógeno. Estos compuestos, al igual que la mayoría de los colorantes sintéticos, son poco biodegradables. Sin embargo, se han descubierto condiciones que permiten su completa degradación. Se ha comprobado que algunos de estos compuestos son cancerígenos y mutagénicos, lo cual es importante tener en cuenta para garantizar la seguridad en su uso. (Zaruma et al., 2018)

2.1.2. Clasificación de los colorantes por su método de aplicación.

En la industria textil, se utilizan distintos tipos de colorantes para teñir diferentes fibras, como lana, algodón, nylon y poliéster. Cada tipo de fibra requiere un método de aplicación y fijación de colorante específico. En la siguiente tabla (Tabla 2.2), podemos

observar la clasificación de los distintos tipos de colorantes según el método de aplicación para cada tipo de tela. (Castillo, 2015)

Tabla 2.2. Clasificación de colorantes por método de aplicación.

Tipo	Fibras	Método de aplicación	Grupos Cromóforos
Ácidos	Nylon, lana, seda, papel, tintas y piel	Normalmente para baños de tintes neutros a ácidos.	Azo, antraquinona, trifenilmetano, nitro y nitroso.
Básicos	Papel, poliacrilonitrilos nylon, poliéster y seda.	Para baños de tintura básicos.	Azo, trimetilmetano y antraquinona.
Directos	Algodón, rayón, piel y nylon.	La fibra se baña con un electrolito. Forma enlaces de hidrógeno.	Azo
Dispersos	Poliéster, poliamida, acetato, acrílico y plásticos .	En presión coloidal con altas temperaturas y presión. El colorante se une por interacciones dipolares.	Azo, antraquinona y nitro.
Mordaz	Lana, piel y Algodón.	Aplicado en conjunto con sales de Cr.	Azo y antraquinona.
Reactivos	Algodón, lana, seda y nylon.	El colorante y la fibra se enlazan covalentemente con una determinada temperatura y pH.	Azo y antraquinona.
A la tinta	Algodón, rayón y lana.	Se utiliza hidrosulfito de sodio para después de la impregnación oxidarse.	Antraquinona e índigos.

Desde la creación del primer colorante sintético, se han desarrollado alrededor de 10,000 colorantes diferentes. De este grupo, aproximadamente el 30% corresponde a colorantes azo, los cuales son ampliamente utilizados en la industria textil. Se estima que representan alrededor del 70% de la producción total de colorantes en esta industria. El proceso de fijación de los colorantes en las telas se lleva a cabo en un medio acuoso, lo que implica un aumento en la demanda de agua. Aproximadamente se requieren 200 litros de agua para producir 1 kilogramo de producto textil. Sin embargo, existe un problema, ya que se estima que hasta el 50% de los colorantes utilizados en la industria textil terminan siendo liberados en las aguas residuales debido a su baja capacidad de fijación en las telas. (Castillo, 2015)

Tabla 2.3. Grado de fijación de colorantes. (López A., 2015).

Método de aplicación	Tipo de fibra	Grado de fijación (%)	Descarga en efluentes (%)
Ácido	Poliamida	85-95	5-20
Básico	Acrílico	95-100	0-5
Directo	Celulosa	70-95	5-30
Disperso	Poliéster	90-100	0-10
Reactivo	Celulosa	50-90	10-50
Tina	Celulosa	80-95	5-20

Nota: Se muestra una estimación de los porcentajes aproximados de fijación de los colorantes en las telas según los diferentes métodos de aplicación.

La liberación de estos efluentes en los cuerpos de agua tiene consecuencias graves, ya que provoca una contaminación significativa en las aguas superficiales y subterráneas cercanas a las industrias textiles. Los colorantes utilizados no son amables con el medio ambiente y no se desintegran por lo que tienden a acumularse en los seres vivos,

causando diversas enfermedades y trastornos. Estos compuestos se conocen como recalcitrantes debido a su resistencia a descomponerse. Debido al volumen y la composición de las aguas residuales producidas por estas industrias, se consideran las más contaminantes dentro del sector industrial.

En otras palabras, las aguas residuales que contienen colorantes sintéticos son especialmente difíciles de tratar. Por lo tanto, es crucial tratar adecuadamente los efluentes cargados con este tipo de sustancias antes de verterlos al medio ambiente, de lo contrario, se afectará directamente los ecosistemas y, sobre todo, los cuerpos de agua. (Zaruma et al., 2018)

2.1.3 Colorantes tipo azo.

Los colorantes azoicos se caracterizan por tener en su estructura al menos un grupo -N=N- unido a anillos de benceno, naftaleno o heterociclos aromáticos. Son considerados compuestos xenobióticos, con una baja capacidad de biodegradabilidad y una gran estabilidad frente a la exposición a la luz solar. La mayoría de los colorantes azoicos se sintetizan mediante la diazotación de aminas primarias, seguida de una reacción de acoplamiento con nucleófilos ricos en electrones como amino e hidroxilo. (Garzón, 2023).

El primer colorante azoico básico, conocido como crisoidina, fue sintetizado por H. Caro en 1875, y al año siguiente también logró sintetizar los colorantes azoicos naranja ácido I y naranja ácido II. Con el paso de los años, la producción de colorantes azoicos ha ido aumentando y se han convertido en los más utilizados en diversas aplicaciones. (Marín, 2022)

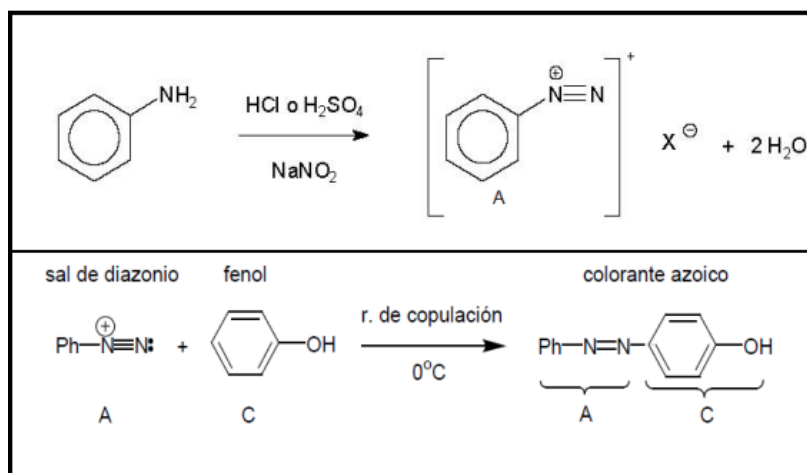
Se estima que existen más de 2000 colorantes azoicos sintéticos utilizados en textiles, cosméticos, alimentos y otras industrias. Estos colorantes causan daños en el medio acuático al interferir con los procesos fotosintéticos, reducir la concentración de oxígeno disuelto y alterar la dinámica de los ecosistemas acuáticos. Debido a su compleja estructura química y tamaño molecular, la mayoría de estos compuestos no pueden ser eliminados por los métodos convencionales de tratamiento de aguas (Marín, 2022)

Este enlace $-N=N-$ es el cromóforo y está asociado a grupos auxocromos como amino o hidroxilo. Estos compuestos pueden presentar isomería E/Z, siendo el isómero trans el más estable y el isómero cis se puede formar a partir del trans mediante la exposición a la luz. (Morales, 2018)

La fabricación de estos colorantes comienza con la diazotación de una amina primaria aromática, lo que produce la sal de diazonio. Para llevar a cabo la diazotación, se utiliza ácido nitroso, que se obtiene disolviendo nitrito de sodio en agua y luego añadiendo ácido clorhídrico. Las sales de diazonio aromáticas son compuestos estables que actúan como electrófilos débiles y reaccionan en sustituciones electrófilas aromáticas con fenoles y arilaminas (Figura 2.5). (Morales, 2018)

Este proceso, conocido como copulación, ocurre a baja temperatura y de manera rápida. La copulación de fenoles se realiza a un pH ligeramente básico, mientras que la copulación de aminas se realiza a un pH ligeramente ácido. (Morales, 2018)

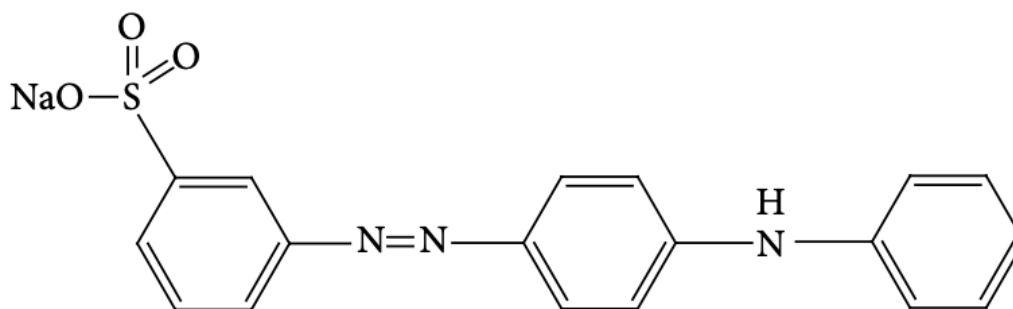
Figura 2.5. Diazotación de amina primaria aromática para la formación de colorantes azoicos. (Morales, 2018)



2.1.3 Colorante amarillo ácido 36.

El amarillo ácido 36, es un colorante azoico ampliamente utilizado en la industria textil. Su fórmula molecular es $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$ con el siguiente Número de CAS: 587-98-4 (Figura 2.6).

Figura 2.6. Estructura química del colorante Amarillo Ácido 36. (Khezrianjoo & Revanasiddappa, 2013).



Se ha encontrado que tiene efectos tumorales y puede causar trastornos enzimáticos en el cuerpo humano. Aunque no es mutagénico, puede alterar la expresión génica. Por vía oral, puede causar metahemoglobinemia tóxica y cianosis en humanos, mientras que el contacto con la piel puede provocar dermatitis alérgica. En animales, la alimentación oral o la administración intraperitoneal e intratesticular de colorantes puede causar lesiones testiculares al dañar los túbulos seminíferos y reducir la tasa de espermatogénesis. (Sivashankar et al., 2014)

Además, el amarillo ácido 36 afecta la calidad del agua y reduce su capacidad para sustentar la vida acuática. Se ha demostrado que inhibe el crecimiento de las algas y disminuye la cantidad de oxígeno disponible en el agua. Por lo tanto, es crucial reducir el uso de este colorante y buscar alternativas más seguras y sostenibles en la industria, según indican los estudios más recientes. (Sivashankar et al., 2014)

Los colorantes azoicos, que son importantes en la industria textil, contienen un grupo funcional llamado Azo, que consiste en un enlace doble $-N=N-$ unido a átomos de carbono con hibridación sp^2 en ambos lados, generalmente enlazados a anillos aromáticos. (Morales, 2018)

Se han realizado estudios sobre la degradación del colorante AA36 utilizando TiO_2 dopado y la reacción de Fenton. Los estudios han demostrado que estos métodos son efectivos en la degradación del colorante. (Morales, 2022; Luna & Carriazo, 2017)

2.3 Síntesis sol-gel de xerogeles calcinados.

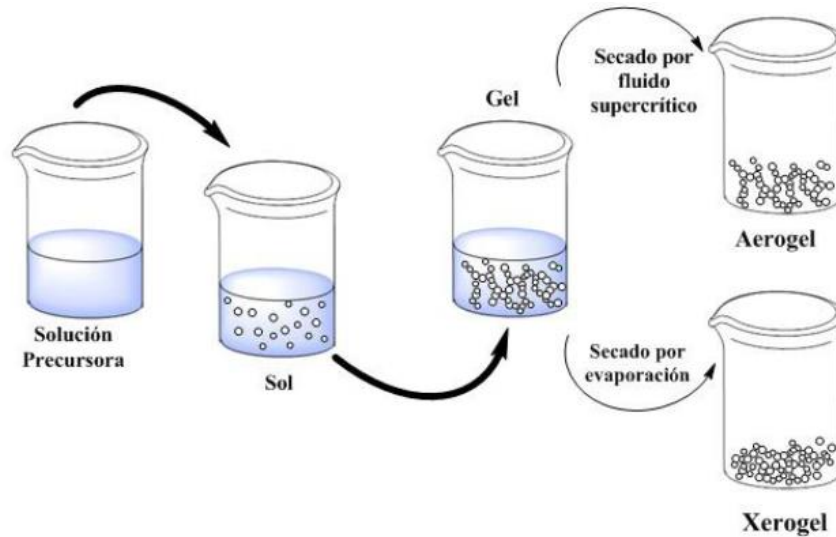
El método sol-gel surgió hace más de cuatro décadas como una alternativa tecnológica para la producción de vidrios y cerámicas a temperaturas más bajas. (Palma, 2010)

En este proceso, se utilizan diferentes etapas de polimerización y policondensación que gradualmente generan la estructura sólida del material. Inicialmente, el método sol-gel se empleaba para fabricar sólidos, vidrios, fibras ópticas y objetos grandes como espejos o lentes con gran precisión a baja temperatura, lo cual era su principal ventaja en comparación con los métodos tradicionales de obtención. El proceso sol-gel se clasifica como una técnica suave de síntesis de materiales, siendo comúnmente utilizado en la obtención de óxidos metálicos. (Palma, 2010)

El proceso sol-gel es una ruta química que implica la transformación progresiva de moléculas precursoras en un coloide (sol) y luego en una red tridimensional (gel). El gel se deja reposar a temperatura ambiente, en este tiempo el gel se encoje. (Huaman, 2021; Montalvo, 2018)

Posteriormente, el gel se somete a un proceso térmico de secado, pudiendo obtenerse dos tipos de materiales: el xerogel, en el cual los poros se colapsan durante el secado, aunque es posible mantener cierta porosidad si se usan tratamientos térmicos en donde se usen rampas de temperatura para que no haya un colapso drástico y puedan formarse poros aunque el material no mantenga la porosidad original (el volumen disminuye), y el aerogel, en el que los poros mantiene su porosidad original (el volumen se mantiene) (Figura 2.7). (Huaman, 2021; Montalvo, 2018)

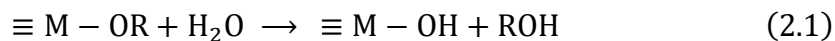
Figura 2.7. Resultado del proceso Sol-Gel: Aero gel y Xerogel. (Huaman, 2021)



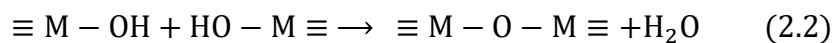
La primera reacción que ocurre durante el proceso es la hidrólisis, se realiza mediante la adición de moléculas de agua al alcóxido metálico en condiciones ácidas. Cuando se forman grupos hidroxilo en la esfera de coordinación del catión, en la etapa de hidrólisis reaccionan rápidamente con otros grupos, formando oligómeros ramificados y polímeros (Figura 2.8). (González et al., 2015; Bautista et al., 2008)

Reacciones involucradas en el proceso sol-gel.

Hidrólisis:



Condensación de agua:



Condensación de alcohol:

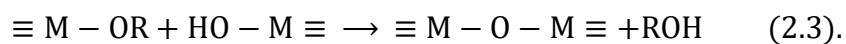
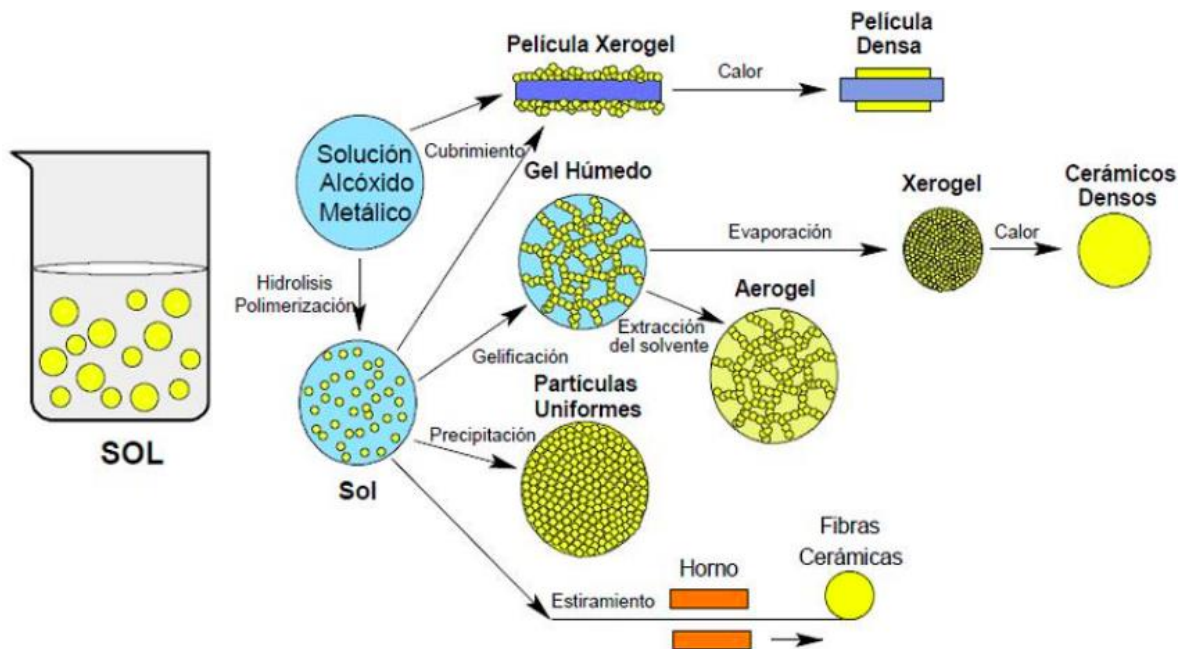


Figura 2.8. Esquema del proceso Sol-Gel. (Hernández & Sifuentes, 2012)



2.3.1 Síntesis sol gel por la ruta polimérica.

El proceso sol-gel por la ruta polimérica consta de tres etapas sucesivas. En primer lugar, se utilizan compuestos metal-orgánicos como materiales precursores. Luego, estos materiales se convierten en un gel. Por último, las propiedades de los materiales se modifican mediante cambios en su estructura molecular. Esta última etapa es especialmente importante en el campo de la ciencia de materiales, ya que permite la creación de materiales estables a bajas temperaturas y el diseño de la morfología y polimerización orgánica-inorgánica. Donde: (López - Ayala, 2011)

- Sol: Es un tipo de coloide compuesto por partículas sólidas dispersas en un fluido. Estas partículas deben tener dimensiones menores a $1\ \mu\text{m}$ para que permanezcan dispersas y sean gobernadas por el movimiento Browniano. Si las partículas son mayores a $1\ \mu\text{m}$, la fuerza gravitatoria las obliga a sedimentar. Comúnmente, se

utiliza agua o una mezcla de agua y alcohol para formar los soles. (Huaman, 2021)

- Geles: Son coloides en los que el líquido se vuelve viscoso y se comporta como un sólido. Forman una estructura tridimensional porosa que puede expandirse dentro del medio que lo contiene. Dependiendo de si están formados por partículas coloidales o unidades químicas subcoloidales, se denominan geles coloidales o poliméricos respectivamente. (Bautista et al., 2008)
- Gelación: Es el proceso en el que un gel se vuelve rígido o aumenta su viscosidad debido a la formación de redes de cadenas grandes, como en la polimerización inorgánica. Cuando un sistema experimenta un cambio brusco de viscosidad de líquido a sólido, se dice que ha gelado. (Bautista et al., 2008)

Este proceso también permite la síntesis de compuestos a escala nanométrica, el control de la porosidad y la obtención de estados estequiométricos inusuales. Actualmente, se busca mejorar los procesos de fabricación existentes, agregar valor a los productos existentes y crear nuevos materiales únicos a través de la innovación. En cuanto a la investigación en la ciencia sol-gel, se observa una diversificación de aplicaciones, un aumento en la investigación de materiales híbridos orgánico-inorgánicos y un enfoque en la geometría de los materiales. (López-Ayala, 2011)

Las ventajas del proceso sol-gel por la ruta polimérica incluyen la baja temperatura de síntesis, la homogeneidad de los materiales, el control del tamaño y forma de partículas, la posibilidad de introducir varios componentes en una sola etapa y la capacidad de obtener diferentes tipos de materiales y estructuras seleccionando los precursores

adecuados. Estas ventajas hacen que el proceso sol-gel sea una opción atractiva en la producción de materiales. (López-Ayala, 2011)

2.3.2 Variables de la síntesis sol-gel por la ruta polimérica.

La influencia del precursor: La elección del precursor juega un papel crucial en el recubrimiento específico para determinadas aplicaciones, ya que puede influir en las características del material resultante. Los precursores, como las sales metálicas iónicas y orgánicas, pueden afectar variables como el tamaño de cristal y la dispersión del dopante. Es importante controlar la velocidad de hidrólisis de los precursores, especialmente aquellos que tienen una mayor rapidez, para lograr una distribución homogénea de elementos en el sistema (Bautista et al., 2018; López-Ayala, 2011)

En el proceso sol-gel del TiO_2 , las relaciones molares H^+/Ti , $\text{H}_2\text{O}/\text{Ti}$ y alcohol/ Ti influyen en la configuración del gel. La introducción de otros metales también modifica la hidrólisis y condensación del titanio en el sol y gel. (López-Ayala, 2011)

La influencia del alcohol: El alcohol utilizado en el proceso sol-gel juega un papel importante en la solubilidad del sistema y la homogeneidad en el sol. Es recomendable utilizar un alcohol con radicales orgánicos similares a los del alcóxido para evitar reacciones indeseables que puedan alterar la velocidad de reacción. Durante las reacciones sol-gel, se libera alcohol, lo cual puede generar un exceso en el sistema y afectar la completitud de las reacciones de hidrólisis. (Bautista et al., 2018) y (López-Ayala, 2011)

La cantidad de agua: La cantidad de agua empleada en el proceso sol-gel tiene un impacto significativo en la formación de geles y soles, ya que afecta la velocidad de hidrólisis y la composición final del gel. Se requiere una cantidad adecuada de agua para lograr una hidrólisis completa de los alcóxidos presentes en el sistema. Un exceso de agua puede dar lugar a la formación de polímeros entrecruzados y redes tridimensionales, lo cual permite obtener geles y posibles vidrios monolíticos. Por otro lado, una baja concentración de agua favorece la formación de redes lineales, lo cual es ideal para recubrimientos y fibras. (Bautista et al., 2018; López-Ayala, 2011)

Efecto del catalizador. (La relación molar ácido/Ti): El catalizador juega un papel crucial en la cinética de la hidrólisis y la policondensación en el proceso sol-gel. La acidez del sol regula su estabilización o desestabilización, lo cual afecta directamente el tipo y la concentración de especies presentes en el sistema. En un medio ácido, la hidrólisis ocurre rápidamente, mientras que la policondensación es más lenta. Por otro lado, en un medio alcalino, la hidrólisis no se lleva a cabo por completo y se produce una policondensación repentina, lo cual da lugar a la formación de partículas más grandes. Es importante evitar la formación de conglomerados. Al agregar ácido durante el proceso sol-gel, es posible generar iones positivos de Titania que se repelen entre sí, permitiendo la formación de soles de Titania dispersos. (Bautista et al., 2018; López-Ayala, 2011)

Secado y consolidación. son procesos importantes en el proceso sol-gel. Durante la transición de un gel húmedo a un gel seco, se produce la desorción física de agua y solvente, lo cual ocasiona la consolidación del material. (Bautista et al., 2018)

Durante el secado del gel, se elimina el solvente líquido que lo rodea. El período de envejecimiento entre la formación del gel y su secado es crucial, ya que, durante este tiempo, el gel experimenta procesos continuos de hidrólisis, condensación y expulsión de solvente. Las condiciones de secado tienen un impacto significativo en las propiedades del material. El secado por evaporación o calentamiento del gel induce una presión capilar asociada con la interfaz de vapor-líquido en los poros. Durante el secado, es común que la presión capilar colapse la red porosa del gel. Los geles secados a presión atmosférica, conocidos como xerogeles, suelen tener una baja área superficial y volumen de poro. (López-Ayala, 2011)

Los procesos térmicos y termodinámicos, como el tiempo y la temperatura, son factores principales que determinan la microestructura en el proceso sol-gel. Durante la reacción de hidrólisis, los grupos orgánicos son reemplazados por grupos hidroxilo y puentes de oxígeno en condiciones de equilibrio, mientras que la degradación térmica implica la ruptura de enlaces. Preservar las estructuras a bajas temperaturas permite mantener un alto nivel de áreas superficiales y otras propiedades de catalizadores y soportes de catalizadores. Para preservar la porosidad, es necesario implementar una técnica de calcinado que aumente gradualmente la temperatura, evitando en la medida de lo posible la rotura de redes y la destrucción de la porosidad. (López-Ayala, 2011)

2.3.3 Materiales nanocristalinos de TiO_2 .

Existen diversos métodos para sintetizar TiO_2 , como la síntesis química en fase vapor, hidrotermal, precipitación controlada, sol-gel y precursor polimérico. El método sol-gel se

Las propiedades únicas de las nanopartículas de TiO_2 se han desarrollado en diferentes ámbitos científicos y tecnológicos, como la microbiología, nanobiotecnología y medicina. Su principal atractivo es su capacidad para ajustar el tamaño, morfología y sus fases. Esto hace que se controle la actividad fotocatalítica de las nanopartículas formadas. (Mosquera et al., 2015; Manuputty et al., 2019)

2.4 Catálisis y fotocátalisis heterogénea con materiales de TiO_2 dopado.

2.4.1 Catálisis química.

La catálisis es un proceso en el que un catalizador acelera una reacción química al disminuir la energía de activación necesaria para que ocurra. Los catalizadores actúan proporcionando sitios activos para las moléculas reactivas y estabilizando los estados de transición intermedios, lo que aumenta la velocidad de la reacción. Esto permite acelerar las reacciones espontáneas con energía libre de Gibbs de reacción negativa ($\Delta G < 0$) al reducir la energía de activación. (Nevárez-Martínez et al., 2017)

El catalizador funciona al proporcionar un mecanismo alternativo y una energía de activación menor, lo que significa que más colisiones moleculares tendrán la energía suficiente para alcanzar el estado de transición. El catalizador puede aumentar la velocidad de reacción, puede hacer que la reacción ocurra a temperaturas más bajas o la reacción se produce con una menor energía de activación. (López-Ayala, 2011)

El TiO_2 es un material altamente versátil con amplias aplicaciones en catálisis. Se utiliza como soporte de catalizador y los catalizadores metálicos que se depositan sobre TiO_2 han despertado un gran interés debido a su alta actividad en diversas reacciones. Las

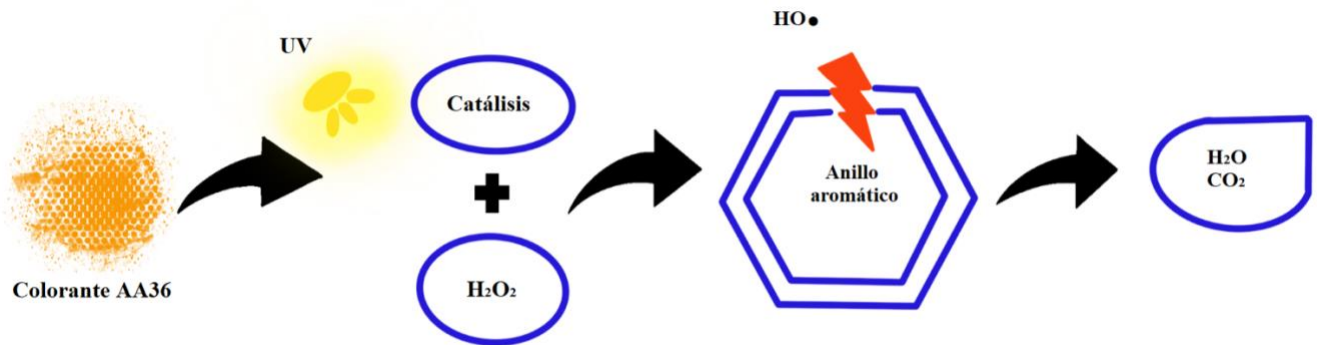
nanopartículas de TiO_2 han demostrado tener una alta actividad en procesos de reducción y oxidación a bajas presiones y temperaturas, lo que ha generado interés en los catalizadores metálicos basados en Titania. Además, se ha descubierto que el TiO_2 es un buen catalizador para óxidos metálicos debido a su interacción fuerte con el soporte, su estabilidad química y sus propiedades ácido-base. Muchas reacciones de relevancia industrial se llevan a cabo utilizando catalizadores basados en TiO_2 . (Parrino & Palmisano, 2020; Carlucci et al., 2019)

2.4.2 Fotocatálisis.

La fotocatálisis es una reacción catalítica que ocurre cuando un catalizador o sustrato absorbe luz, siendo comúnmente utilizados semiconductores como catalizadores (Figura 2.10). Estos catalizadores pueden ser homogéneos o heterogéneos. (López-Ayala, 2011)

La actividad fotocatalítica se refiere a la capacidad de un material sólido para realizar reacciones químicas inducidas por la irradiación de fotones con energía igual o mayor que la energía de la banda prohibida del material en su superficie. Esto provoca la excitación de los electrones de la banda de valencia hacia la banda de conducción, dejando huecos en la banda de valencia. Estos pares electrón-hueco, llamados excitones, pueden utilizarse posteriormente en reacciones redox. La fotocatálisis permite llevar a cabo reacciones que requieren el suministro de energía ($\Delta G > 0$), como la hidrólisis del agua para producir hidrógeno y oxígeno (Nevárez-Martínez et al., 2017)

Figura 2.10. Fotocatálisis.



Es importante destacar que el proceso fotocatalítico con nanopartículas dopadas es una alternativa sostenible y respetuosa con el medio ambiente para eliminar los colorantes en agua, ya que no se requiere el uso de productos químicos tóxicos ni se generan subproductos peligrosos. La dopación del dióxido de titanio con cobre y hierro mejora significativamente su actividad fotocatalítica en la eliminación de colorantes en agua. Estas nanopartículas dopadas son prometedoras en la eliminación de contaminantes y pueden tener un impacto positivo en el medio ambiente. (González – Valbuena et al., 2015)

2.5 Procesos de Oxidación Avanzada en la remoción de colorantes.

Los Procesos de Oxidación Avanzada (POA) son tecnologías ampliamente utilizadas en el tratamiento de aguas contaminadas con compuestos orgánicos recalcitrantes provenientes de diversas industrias como la química, agroquímica, textil y pinturas. Dentro de los POA, los procesos de fotooxidación, tanto la fotólisis como la fotocatálisis, se presentan como los más prometedores (Giraldo et al., 2004)

El concepto de POA fue definido por primera vez en 1987 por Glaze y colaboradores, quienes también establecieron que estos procesos involucran la generación y utilización de especies altamente reactivas, principalmente el radical hidroxilo ($\text{HO}\cdot$). Este radical puede ser generado a través de procesos fotoquímicos, incluyendo la radiación solar, o mediante otras formas de energía, y posee una gran eficacia para la oxidación de la materia orgánica. Dentro de los POA, los procesos fotocatalíticos que aprovechan la radiación solar son particularmente interesantes porque eliminan la necesidad de consumir energía adicional. En general, los POA tienen atractivas características, como su facilidad de operación, versatilidad y la capacidad de lograr la completa mineralización (destrucción) de contaminantes orgánicos, especialmente aquellos que no son biodegradables, transformándolos en CO_2 , H_2O e iones más fácilmente tratables por métodos económicos adicionales. Por otro lado, las tecnologías convencionales que no emplean especies altamente oxidantes no logran oxidar completamente la materia orgánica. Además, los POA no generan lodos que requieran de un tratamiento posterior y, en caso de formarse subproductos de reacción, estos se encuentran en bajas concentraciones (Churata, 2017)

Los POA han sido eficazmente utilizados para purificar el agua al generar radicales altamente reactivos, como el radical hidroxilo ($\text{HO}\cdot$), en cantidades suficientes. Estos radicales tienen la capacidad de eliminar una amplia variedad de compuestos tóxicos y persistentes, con el objetivo de disminuir su toxicidad y aumentar su biodegradabilidad. El radical hidroxilo es especialmente reactivo, con un potencial redox de 2,80 V, lo que le permite atacar a la mayoría de las moléculas orgánicas para destruirlas o mineralizarlas parcialmente. (Amor et al., 2019)

Los radicales hidroxilos pueden oxidar los compuestos orgánicos, dióxido de carbono y sales minerales en agua logrando así la mineralización. (Morales, 2018)

Tabla 2.4. Clasificación de los procesos de oxidación avanzada (POAs). (Amor et al., 2019)

Procesos no fotoquímicos	Procesos fotoquímicos
O ₃ + H ₂ O ₂	Fotólisis directa
Fenton	Fotólisis sensibilizada
Ultrasonidos	Fotólisis en el Ultravioleta de vacío (UVV)
Oxidación húmeda	H ₂ O ₂ +UV
Oxidación húmeda supercrítica	O ₃ +UV
	H ₂ O ₂ +O ₃ +UV
	Foto- Fenton
	Foto- Fenton asistida

2.5.1 Radicales hidroxilo y especies altamente oxidantes de O₂.

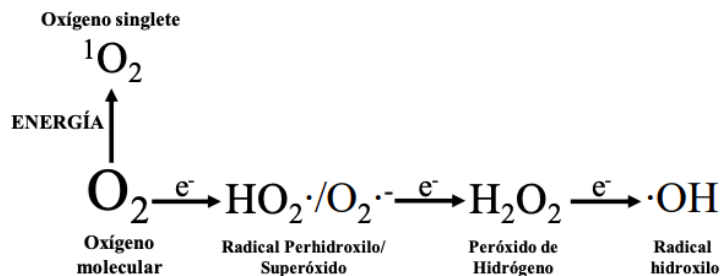
Los POA se refieren a aquellos que involucran la producción de radicales hidroxilo (HO•) altamente reactivos, los cuales tienen un potencial de oxidación elevado ($E^0 = 2.8 \text{ V}$). Estos radicales son especialmente efectivos en la oxidación de compuestos orgánicos, ya que pueden extraer hidrógeno y formar radicales orgánicos libres (reacción 2.4), los cuales pueden reaccionar con oxígeno molecular y generar peroxiradicales (reacción 2.5). Incluso es posible iniciar una serie de reacciones de oxidación en cadena que pueden llevar a la completa mineralización de los compuestos orgánicos. (Giraldo et al., 2004)



El proceso fundamental para la generación de radicales HO• a través de la fotocatalisis implica la absorción de un fotón, la generación de un par de electrones- huecos (e- + h+) y la posterior producción de HO•. Utilizando el TiO₂ como semiconductor modelo y los colorantes como sustrato de la reacción, se presentan las posibles reacciones. (López-Ayala, 2011)

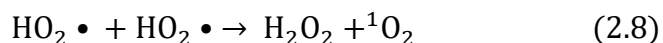
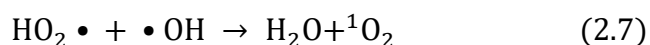
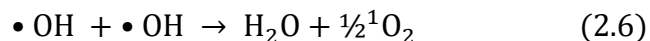
En los sistemas Fenton se producen diversas especies oxidantes. Como lo son los radicales HO•, radicales superóxido (O₂•⁻), oxígeno singlete (¹O₂) (Figura 2.11) y especies hipervalentes de hierro, llamadas ferrilos ([FeO]²⁺). (Domenech et al., 2001; Salgado, 2017).

Figura 2.11. Especies reactivas derivadas de oxígeno. (Salgado, 2017)



Los radicales O₂•⁻ pueden actuar como oxidante y reductor. Esta especie puede protonarse formando el HO₂• que es más fuerte que el O₂•⁻, estas especies reaccionan con pocos compuestos biológicos. En el sistema Fenton hay al menos tres formas para

formar las especies $^1\text{O}_2$, este es la forma diamagnética menos estable del O_2 (Reacción 2.6, 2.7 y 2.8). (Salgado, 2017)



En los sistemas Fenton la evidencia apunta al radical $\text{HO}\bullet$ como la principal especie oxidante que se forma, aunque en estos últimos años se ha investigado y se propone el rol de los iones Fe^{4+} en estos sistemas. (Salgado, 2017)

2.5.2 Reacciones tipo Fenton

El proceso de catálisis homogénea Fenton, descubierto por Henry J. Fenton en 1894, consiste en la activación del peróxido de hidrógeno en presencia de sales de $\text{Fe}(\text{II})$ para oxidar ácido tartárico en un ambiente ácido. En 1934, Haber y Weiss propusieron que el radical $\text{HO}\bullet$ es el oxidante activo generado por la reacción de Fenton. Posteriormente, Barb y sus colegas revisaron este mecanismo original y se estableció lo que ahora se conoce como la "vía radicales libres" o "clásica" de Fenton, en la que la producción de radicales $\text{HO}\bullet$ es una etapa clave. (Morales, 2018)

La aplicación del proceso de Fenton como oxidante para la destrucción de sustancias orgánicas tóxicas comenzó a desarrollarse en los años 60. El sistema Fenton se compone de una mezcla de peróxido de hidrógeno y ion ferroso, que cataliza la

descomposición del H₂O₂ y genera radicales HO• a través de una serie de complejas reacciones en cadena. (Morales, 2018)

Actualmente, se ha demostrado que tanto catalizadores homogéneos de Fe como de Cu son capaces de generar HO• en presencia de H₂O₂. La reacción tipo Fenton se define como la adición de sales de hierro junto con peróxido de hidrógeno, este es un métodos clásicos para producir HO•, siendo uno de los agentes oxidantes más potentes en pH ácidos (pH 3-5). Estos radicales reaccionan en cadena para así eliminar la materia oxidable. (López-Ayala, 2011; Giraldo et al., 2004)

La reacción de Fentón se puede definir como la generación catalítica de HO•, especie oxidante primaria, formada a partir de la reacción en cadena entre el ion ferroso y el peróxido de hidrógeno, de acuerdo a la ecuación 2.9. (Tobón & Peñaloza, 2014).



2.6 Parámetros de operación que afectan la eficiencia en la degradación de aguas.

Los parámetros de operación, temperatura, cantidad de H₂O₂, cantidad de catalizador y pH influyen directamente en la eficacia en la decoloración del colorante AA36.

2.6.1 Temperatura

La temperatura es una magnitud física que se utiliza para medir la cantidad de calor presente en un sistema. Representa la energía cinética de las partículas de una sustancia, ya sea en estado gaseoso, líquido o sólido. (Picquart & Morales, 2017)

2.6.2 Cantidad de H₂O₂

El peróxido de hidrógeno es un agente oxidante que posee una actividad relativamente baja y necesita ser activado para llevar a cabo ciertas reacciones de oxidación. Es un compuesto químico líquido altamente polar y está formado por enlaces fuertes con hidrógeno. Este compuesto se utiliza en reacciones conocidas como reacciones tipo Fenton. (González et al., 2015).

2.6.3 pH

El pH es una propiedad química que indica el nivel de acidez o alcalinidad de una solución acuosa. Se define como el logaritmo negativo de la actividad de los iones de hidrógeno (H⁺) en dicha solución. (Osorio, 2012)

$$\text{pH} = -\log (\text{H}^+) \quad (2.10)$$

2.7 Orden de reacción

El orden de una reacción se refiere a la relación entre la concentración de los reactivos y la velocidad de la reacción. Dependiendo de esta relación, puede ser lineal, cuadrática o no existir ninguna relación aparente. (De la Horra, 2023; Morais & Atienza, 2019)

El análisis cinético de la degradación de colorantes implica el cálculo de la velocidad de reacción. Para esto, se pueden emplear fórmulas que permiten determinar la constante de velocidad de reacción, k. Existen varios modelos, pero uno de los más comunes es la representación con la fórmula general:

$$dC/dt = k(C_0)^n \quad (2.11)$$

Esta ecuación indica que el cambio en la concentración del colorante en función del tiempo es proporcional a una constante de velocidad k , la cual puede estar influenciada por la concentración inicial C_0 si $n > 0$. Mediante esta fórmula, es posible determinar el orden (n) de la reacción en soluciones que contienen colorantes. (López-Ayala, 2011)

- En una reacción de orden cero, la velocidad de la reacción es independiente de la concentración de los reactivos. En este caso, la velocidad solo depende de la constante de velocidad (k). La ecuación de velocidad es: (De la Horra, 2023; Morais & Atienza, 2019)

$$v = k. \quad (2.12)$$

- En una reacción de primer orden, la velocidad de la reacción depende únicamente de la concentración de un solo reactivo. Por eso, también se le conoce como reacción unimolecular. La ecuación de velocidad (2.13) donde k es la constante de velocidad (que representa la proporción entre la concentración y la velocidad) y $[A]$ es la concentración del reactivo A. (De la Horra, 2023; Morais & Atienza, 2019)

$$r=k[A] \quad (2.13)$$

2.8 Técnicas de caracterización de materiales.

2.8.1 Difracción de Rayos X, (XRD). Está basada en la dispersión coherente de un haz de rayos X por parte de la materia y en la interferencia constructiva de las ondas que están en fase y que se dispersan en determinadas direcciones. (López-Ayala, 2011)

2.8.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) utiliza electrones en lugar de luz para formar una imagen. Un haz de electrones enfocados y dirigidos por lentes electromagnéticas llega a la muestra, lo que provoca la emisión de electrones secundarios que son captados por detectores y generan una imagen en una pantalla. (López-Ayala, 2011)

2.8.3 Caracterización óptica Transmitancia (T) : En una solución la transmitancia es la relación entre la cantidad de luz transmitida que llega al detector después de atravesar la muestra, I_t , y la cantidad de luz que incide sobre ella, I_o , y suele expresarse en porcentaje (2.14). La transmitancia da una medida física de la relación entre la intensidad incidente y transmitida que pasa a través de la muestra. La relación entre %T y la concentración no es lineal, pero sugiere una relación logarítmica inversa. (Cuitiño et al., 2015)

$$\% T = I_t/I_o \times 100. \quad (2.14)$$

2.8.4 COT: Es el carbón que forma parte de la materia orgánica del agua superficial. Existen sustancias naturales y artificiales que contribuyen a incrementar los niveles de COT en el ambiente, esta sustancia puede ser descompuesta por microorganismos, durante el proceso de consumo de oxígeno. Este se puede calcular directamente midiendo la cantidad de dióxido de carbono liberado después del tratamiento con oxidantes químicos. (Visco et al., 2005)

3. METODOLOGÍA

3.1 Síntesis sol-gel nano-Titania (np-TiO_2) y nano-Titania dopada ($\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$)

3.1.1 Reactivos

3.1.1.1 Cloruro Ferroso Tetrahidratado

También llamado cloruro de hierro(II), es un compuesto iónico de hierro y cloruro (Figura 3.1)

- Aplicación: Se utiliza en el teñido de textiles, metalurgia, industria farmacológica, tratamientos de aguas residuales, uso analítico y de laboratorio.
- Formula: $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- Apariencia: Sólido color blanco verdoso

3.1.1.2 Cloruro Cúprico Dihidratado.

Es un sólido que absorbe lentamente la humedad para formar un dihidrato de color azul verdoso. Compuesto natural encontrado en la erioalcita. (Figura 3.2)

- Aplicación: Se usa en el petróleo, los textiles, la metalurgia, la fotografía y los productos agrícolas, y como aditivo para piensos y conservante de la madera. También se usa en la fabricación de papel fotosensible, pigmentos

Figura 3.1. Reactivo

Cloruro Ferroso



Figura 3.2. Reactivo

Cloruro Cúprico



para vidrio y cerámica, y en la fabricación de acrilonitrilo.

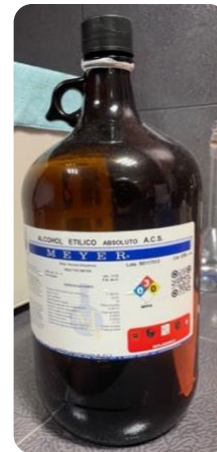
- Formula: $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- Apariencia: Sólido color verde amarillento

3.1.1.3 Alcohol Etílico Absoluto.

El etanol (Figura 3.3) es conocido como alcohol etílico, es un líquido incoloro e inflamable en un punto de ebullición de 78° C.

- Aplicación: Cuando se lo soluciona en agua se lo suele usar como disolvente y en la elaboración de bebidas alcohólicas.
- Formula: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$
- Apariencia: Líquido transparente

Figura 3.3. Reactivo Alcohol Etílico

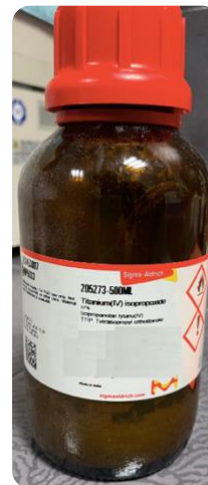


3.1.1.4 Isopropóxido de Titanio.

También conocido comúnmente como tetraisopropóxido de titanio o TTIP (Figura 3.4), es un compuesto químico.

- Aplicación: Se utiliza como precursor en la preparación de películas delgadas de titanio y bario-estroncio-titanato..
- Formula: $\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$
- Apariencia: De incoloro a amarillo

Figura 3.4. Reactivo Isopropóxido de Titanio



3.1.1.5 Ácido clorhídrico.

El ácido clorhídrico es muy corrosivo y ácido, obtenido del gas cloruro de hidrógeno en forma acuosa.

- Aplicación: Se utiliza para limpiar, tratar y galvanizar metales, curtir cueros, y en la refinación y manufactura de una amplia variedad de productos.
- Formula: HCl
- Apariencia: Líquido claro

3.1.1.6 Agua destilada

Agua sin impurezas tales como sales minerales, electrolitos, microorganismos y otras sustancias. El pH ronda 5,8.

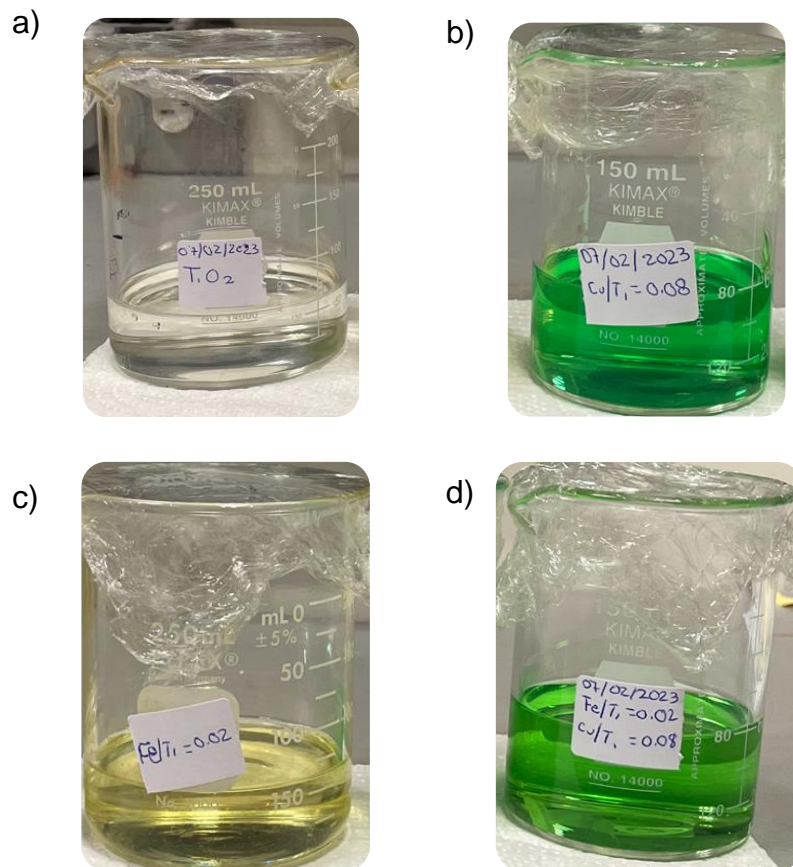
- Aplicación: Se usa principalmente en el sector manufacturero, en laboratorios y en general para procesos industriales.
- Formula: H₂O
- Apariencia: Líquido Claro

3.1.2 Obtención de nanopartículas de anatasa

Para la síntesis de np -Fe₂O₃-CuO-TiO₂ en un vaso de precipitado se adicionó alcohol etílico absoluto con una relación EtOH/Ti de 45 y en una parrilla con agitación constante a 500 rpm se le adicionó CuCl₂.2H₂O con una relación molar de Cu/Ti de 0.08 y FeCl₂.4H₂O con una relación molar de Fe/Ti d= 0.02 una vez que se observa con un color verde, se le agrega una relación de ácido clorhídrico concentrado (37%) con una relación molar de H⁺/Ti de 0.14 hasta obtener una solución homogénea; se agregó 5 mL de isopropóxido de titanio al 97% y, por último agua destilada con una relación molar de H₂O/Ti de 4.8. Todas las adiciones se hacen gota a gota para evitar su precipitación. Una

vez mezclado homogéneamente se dejó reposar y gelar en un periodo de dos horas (Figura 3.5).

Figura 3.5. Geles de Anatasa. a) Gel np – TiO_2 , b) Gel np– CuO – TiO_2 , c) Gel np – Fe_2O_3 – TiO_2 y d) Gel np - Fe_2O_3 - CuO – TiO_2



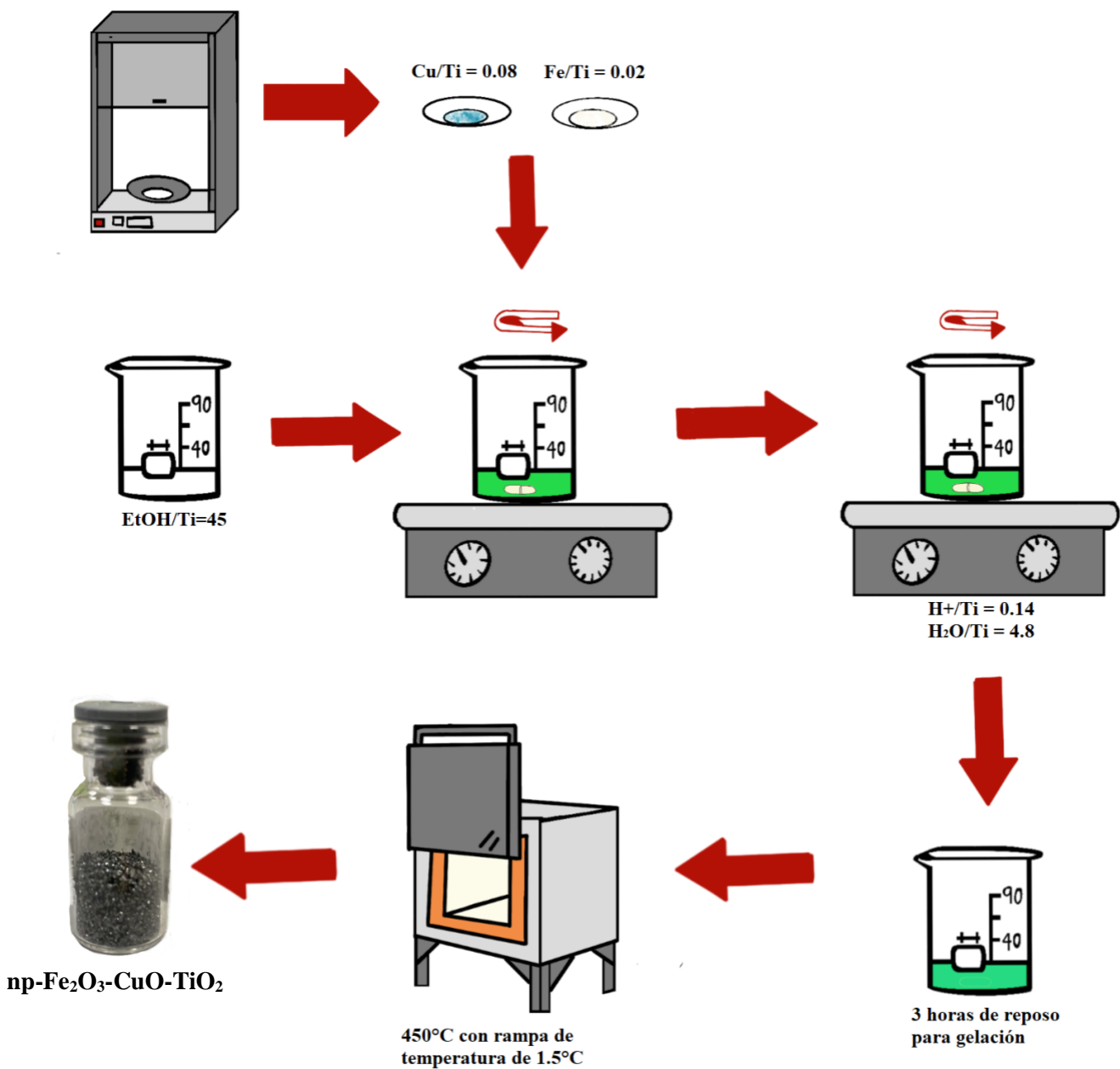
El gel de anatasa obtenido de la síntesis sol - gel se calcina a 450°C con rampa de temperatura 1.5°C min . Para así obtener las nanopartículas: (Figura 3.6)

Figura 3.6. Xerogeles calcinado de a) np - TiO_2 , b) np - $\text{CuO} - \text{TiO}_2$, c) np - $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ y d) np - $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{CuO} - \text{TiO}_2$



3.1.2.3 Esquema de la síntesis

Figura 3.7. Síntesis de $np - Fe_2O_3 - CuO - TiO_2$

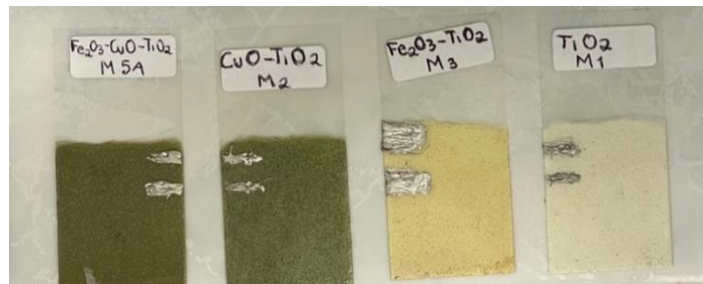


3.1.3 Caracterización de materiales.

Caracterización estructural y morfológica

La difracción de rayos X (XRD), se realizó con un Diffractómetro Bruker D2 Phaser de 35 kV, 20 mA, con intensidad de radiación $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 1.548 \text{ \AA}$. Con los picos en (1,0,1) de la anatasa se midió el tamaño medio de cristal usando la ecuación de Debye-Scherrer. La caracterización morfológica, estructural y de composición química se realizó con el microscopio Electrónico de Barrido en alta resolución (MEB-AR), MAI3 (TESCAN, Czech Republic), equipado con un detector de espectroscopia de dispersión de energía (EDS) Bruker Quantax 200. Las muestras se pusieron en pines de aluminio y analizadas utilizando un haz de electrones a 15 keV. Para obtener mayor magnificación se analizaron las muestras con un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FE STEM) SEM Hitachi S-5500, también equipado con EDS. Finalmente, se realizaron pruebas de fotorespuesta utilizando portaobjetos para realizar películas de barniz transparente con el nanomaterial (figura 3.8), a estas se les colocó pintura de plata y se les aplicó un voltaje (100V) con un equipo programable Keithley 230 device para medir la corriente generada con un electrómetro/multímetro programable Keithley 619.

Figura 3.8. Portaobjetos con nanomateriales utilizados en fotorespuesta.



3.2 Degradación del colorante AA36.

3.2.1 Obtención del pico de absorción y la curva de calibración.

Para la obtención de la curva de calibración se utilizó una muestra de 50 mg/L donde se hicieron diluciones de 5 mg/L, 10 mg/L, 15 mg/L y 20 mg/L para relacionarla con la absorbancia. Este análisis se hizo con la ayuda de un Espectrofotómetro UV-Vis Thermo Scientific Genesys 10S UV – Vis, obteniendo 436 nm como el pico más alto de absorción.

3.2.2 Obtención de los parámetros de operación.

3.2.2.1 Pruebas de temperaturas.

Para iniciar los experimentos se tomó 50 ml de colorante con 50 mg/L en agua destilada, para calentar a diferentes temperaturas (55°C, 60°C y 65°C), una vez en esa temperatura se le adicionó la cantidad del catalizador previamente experimentado en la Tesis de maestría (López-Ayala, 2011) combinado con 2000 mg/L de H₂O₂ para evitar que sea el reactivo limitante.

3.2.2.2 Pruebas de concentración de H₂O₂.

Una vez comparando los resultados de la temperatura y eligiendo la mejor para la reacción se procedió a cambiar la cantidad de H₂O₂ (0.3 ml, 0.4 ml, 0.45 ml y 0.5 ml) para determinar la cantidad más adecuada de H₂O₂.

3.2.2.3 Pruebas a diferentes pH.

Teniendo ya los parámetros definidos de temperatura y cantidad de H_2O_2 se llevan a cabo pruebas con diferentes pH de 3 a 11 para determinar el pH óptimo para la degradación de AA36.

3.2.2.3 Pruebas con los blancos.

Teniendo ya temperatura, cantidad de H_2O_2 y el pH adecuado para los parámetros ideales con una velocidad de reacción más rápida con una cinética de 1 se llevan pruebas con las np- TiO_2 , np- TiO_2-CuO y np- $TiO_2-Fe_2O_3$ para así demostrar la eficiencia de nuestro catalizador dopado.

3.2.2.4 Pruebas fotocatalíticas y catalíticas.

Con los parámetros definidos de temperatura, concentración de H_2O_2 y pH se llevan a cabo reacciones con luz UV y reacciones en completa oscuridad. Esto con el fin de comparar la eficiencia de catálisis contra la fotocatalisis por medio de un estudio cinético.

4. RESULTADOS

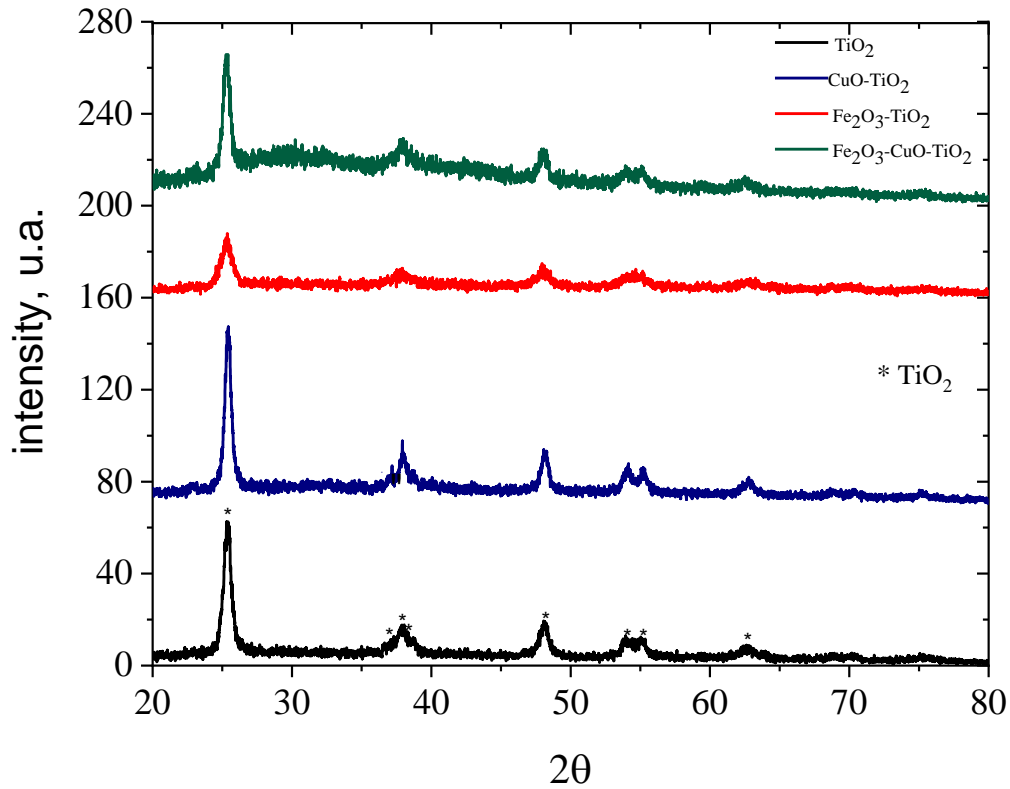
4.1 Caracterización de materiales

4.1.1 XRD

La Figura 4.1 muestra difractogramas XRD TiO_2 dopado con Cu y Fe. De acuerdo con la comparación con las cartas de JCPDS, sólo se aprecian picos que corresponden a la fase de anatasa del TiO_2 . (Figura 4.2 JCPDS 21-1272, del TiO_2 en la fase de anatasa). Aunque el difractograma correspondiente al CuO-TiO_2 muestra un pico en 2θ de 37.3 que no fue encontrado en las cartas de JCPDS, sin embargo, (Karim et al., 2018) muestra un difractograma donde se aprecia un pequeño pico (no referenciado) en una muestra de CuO-TiO_2 , que está en la misma 2θ del encontrado en el difractograma de $\text{CuO}_2\text{-TiO}_2$ obtenido aquí.

Los picos que coinciden con la fase de anatasa están marcados con (*); El primer pico está en una posición de 25.281 con una orientación cristalográfica $1\ 0\ 1$, este pico es el más importante ya que es el de mayor intensidad en todos nuestros nanomateriales y de este se obtuvo el tamaño de cristal, el 2° , 3° y 4° pico están en las posiciones 36.946 , 37.800 y 38.575 con una orientación cristalográfica de $1\ 0\ 3$, $0\ 0\ 4$ y $1\ 1\ 2$ respectivamente, el 5° pico tiene una posición de 48.049 con una orientación cristalográfica de $2\ 0\ 0$, el 6° y 7° pico están en las posiciones 53.890 y 55.060 con orientación cristalográfica $1\ 0\ 5$ y $2\ 1\ 1$, y por último el 8° de 62.688 con orientación cristalográfica $2\ 0\ 4$.

Figura 4.1 . Resultados de XRD de nanomateriales.

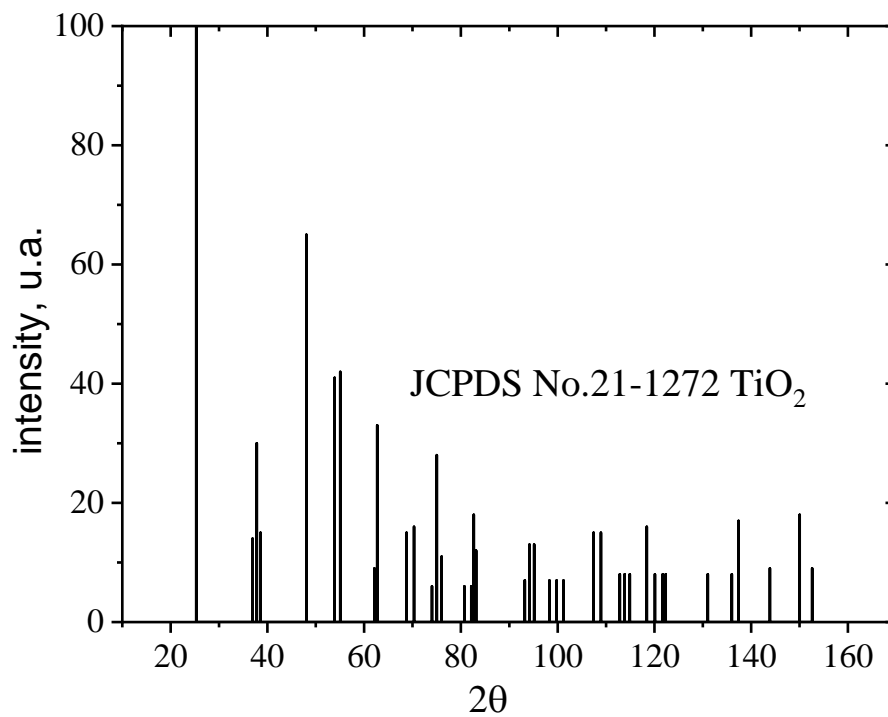


La tabla 4.1 muestra el tamaño de cristal que se obtuvo mediante la ecuación Scherrer correspondiente con el pico de mayor intensidad en ~ 25.3 con una orientación cristalográfica de 1 0 1. Cuando está solo el TiO₂ el tamaño de cristal es alto, no existe una diferencia significativa cuando se le agrega CuO sin embargo cuando se agrega Fe₂O₃ el tamaño de cristal disminuye. Por lo que el menor tamaño de cristal en los nanomateriales beneficia debido a que un menor tamaño nos da un mayor área de contacto para la reacción de decoloración.

Tabla 4.1. Tamaño de cristal

Nanomaterial	Tamaño de cristal
TiO ₂	19.33 nm
TiO ₂ - CuO	20.16 nm
TiO ₂ - Fe ₂ O ₃	11.74 nm
TiO ₂ - CuO - Fe ₂ O ₃	16.98 nm

Figura 4.2 . JCPDS 21-1272 TiO₂ fase Anatasa.



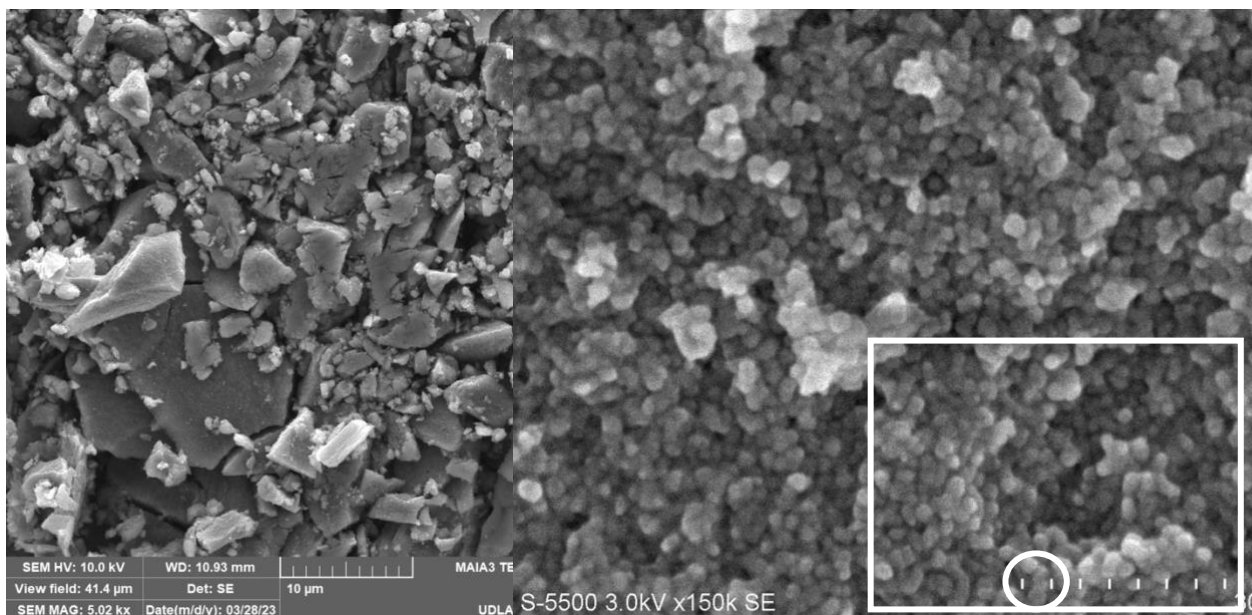
4.1.2 SEM

La figura 4.3 muestra el SEM y STEM de np-TiO₂. Se puede apreciar conglomerados tipo esponja (Fig. 4.3 a), mientras que en una acercamiento (Fig. 4.3 b), se puede observar partículas que conforman los conglomerados. Se aprecian formas semiesféricas que son características de la Titania. Los conglomerados de nanopartículas de 20 nm forman huecos mesométricos (2-50 nm), que son ideales para que el colorante solvatado penetre en los poros y acceda a los sitios activos donde se puedan generar •OH. De estas partículas se puede medir el tamaño de cristal de np-TiO₂. En la figura 4.3 b se encierra en un círculo blanco la escala que equivale a 30 nm. Tomando un recuadro, se contaron los tamaños de cristal y se obtuvo un tamaño medio de cristal de 20 nm, muy similar al obtenido por medio de la ecuación Scherrer en la (Tabla 4.1). La composición química obtenida mediante EDS es congruente con nuestro material y se puede observar a detalle en el Anexo A.

Figura 4.3. a) SEM y b) STEM np-TiO₂

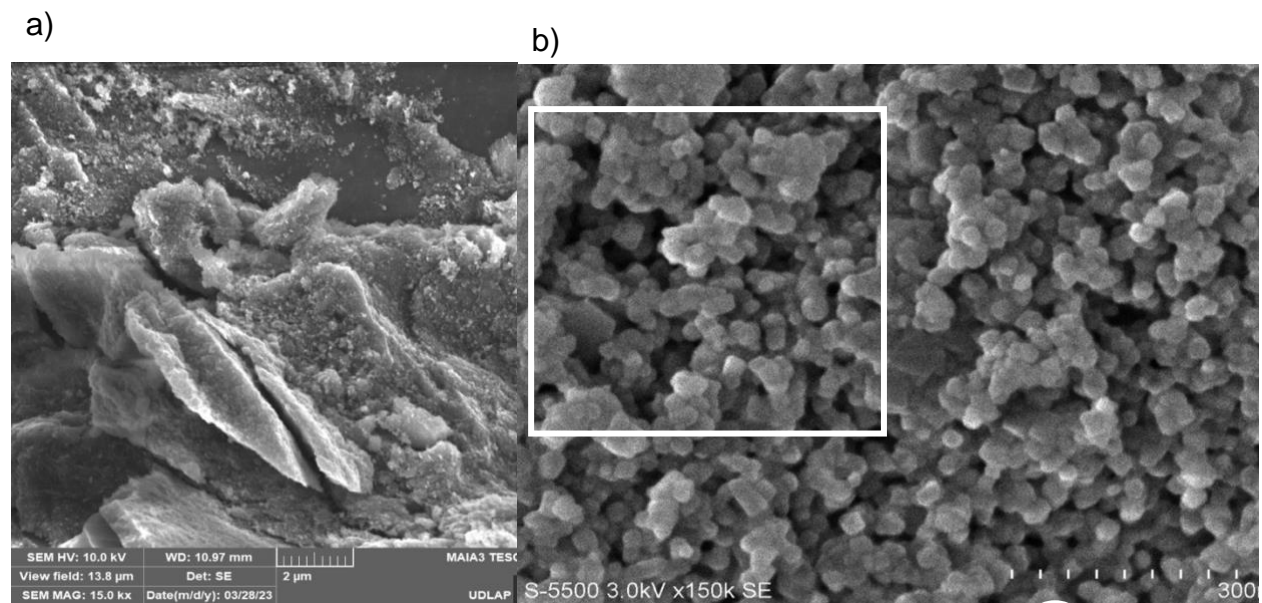
a)

b)



La figura 4.4 muestra el SEM y STEM de np-CuO-TiO₂. Al igual que con las np-TiO₂ se aprecian conglomerados tipo esponja (Fig. 4.4 a), mientras que en una acercamiento (Fig. 4.4 b) se observan partículas de diferentes tamaños, las semiesféricas de menor tamaño son TiO₂, que se observan conglomeradas y ya que se calcinó con aire, las de mayor tamaño con forma indefinida lo más probable es que sean CuO. En la imagen se observan pocas partículas de CuO, esto debido a que en nuestro material el cobre tiene una concentración molar baja Cu/Ti=0.08, y de acuerdo con XRD se tiene buena dispersión ya que no se observan las fases de cobre debido a la poca cantidad del mismo. En la figura 4.4 b se encierra en un círculo blanco la escala que equivale a 30 nm. De las partículas de TiO₂ se puede deducir el tamaño medio de cristal de la anatasa en las np-CuO-TiO₂, en la figura 4.4 b se señala la sección de la muestra que se tomó para medir las partículas de TiO₂ que se usaron para calcular el tamaño medio de cristal siendo de 20 nm, muy similar al obtenido por medio de la ecuación de Scherrer (Tabla 4.1

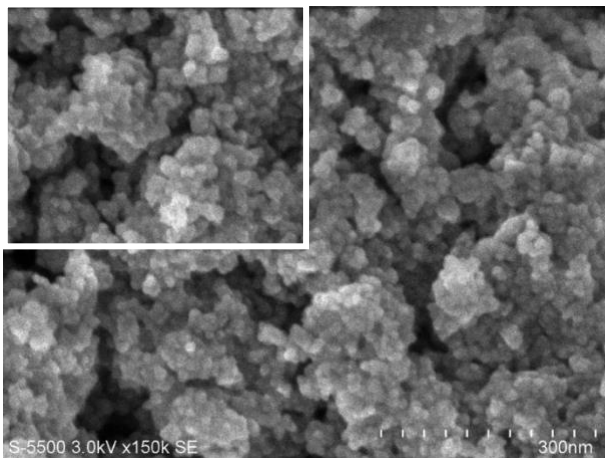
Figura 4.4. a)SEM y b)STEM np -Cuo -TiO₂



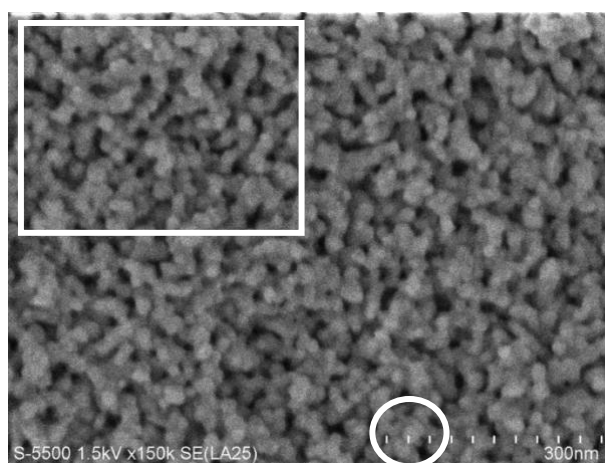
En la figura 4.5 se observan conglomerados de np- Fe_2O_3 - TiO_2 (figura 4.5a), Obtenidos mediante STEM, en la que se aprecian los cristales de Titania (los más pequeños) y un cristal de mayor tamaño, que lo más probable es que sea Fe_2O_3 , de acuerdo al EDS (rodeado de pequeños cristales de TiO_2). En este material el hierro tiene una concentración molar baja $\text{Fe}/\text{Ti}=0.02$ y además de acuerdo con XRD se tiene buena dispersión ya que no se observan las fases de Fe_2O_3 debido a la poca cantidad del mismo. La figura 4.5 b se muestra una imagen de los cristales de Titania en una muestra de np- Fe_2O_3 - CuO - TiO_2 . Se encerró en un círculo blanco la escala que equivale a 30 nm. De las partículas de TiO_2 se puede deducir el tamaño medio de cristal de la anatasa en las np- Fe_2O_3 - TiO_2 , en la figura 4.5 a y b se señala la sección de la muestra que se tomó para medir las partículas de TiO_2 que se usaron para calcular el tamaño medio de cristal siendo de 10 nm y 15 nm, muy similar al obtenido por medio de la ecuación de Scherrer (Tabla 4.1). Su composición química es congruente con las composiciones químicas de los nanomateriales sintetizados.

Figura 4.5. STEM a) np- TiO_2 - Fe_2O_3 y b) np- Fe_2O_3 - CuO - TiO_2

a)



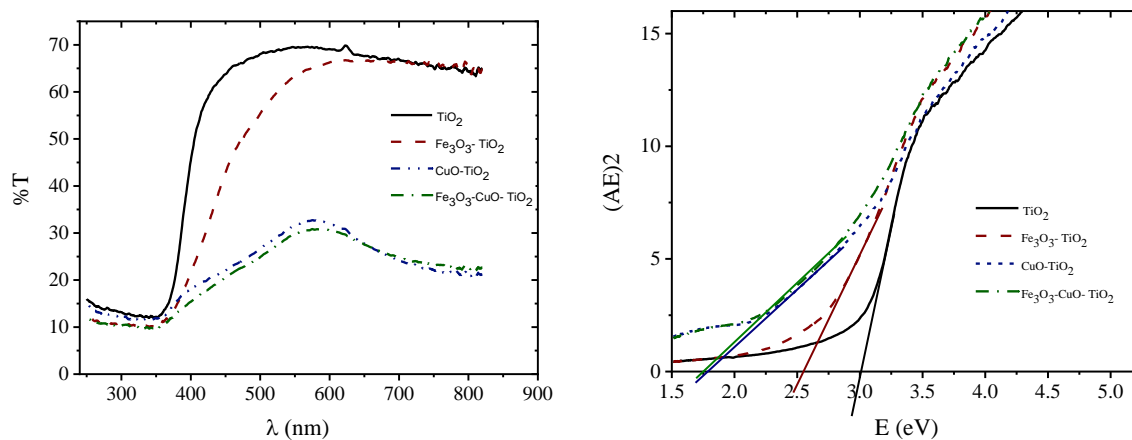
b)



4.1.3 Caracterización Óptica

En la figura 4.6 se muestra la transmitancia en un rango de longitud de onda de 250 a 820 (Figura 4.6 a) y energía de band gap (Figura 4.6 b). Se puede observar la caída de la transmitancia para cada nanomaterial. Se observa que para las np-TiO_2 la caída está cerca de los 388 (que está en el rango UV), que es su longitud de onda característica (3.2 eV). También podemos observar que np-CuO-TiO_2 , $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y $\text{np-Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$ se recorren al espectro luz visible, con lo que es evidente que los nanomateriales están sensibilizados. Por otra parte, el band gap para todos los nanomateriales está recorrido hacia el rango visible, sin embargo; estos resultados no son exactos ya que se debe de corregir el band gap por porosidad de los nanomateriales por lo tanto, los valores no son considerados pero si hay una evidente diferencia entre el band gap del TiO_2 y los que contienen cobre. En los nanomateriales que contienen cobre se observa que antes del 1.5 eV inicia una curva con caída en aproximante 1.5 eV esto corresponde al band gap de CuO .

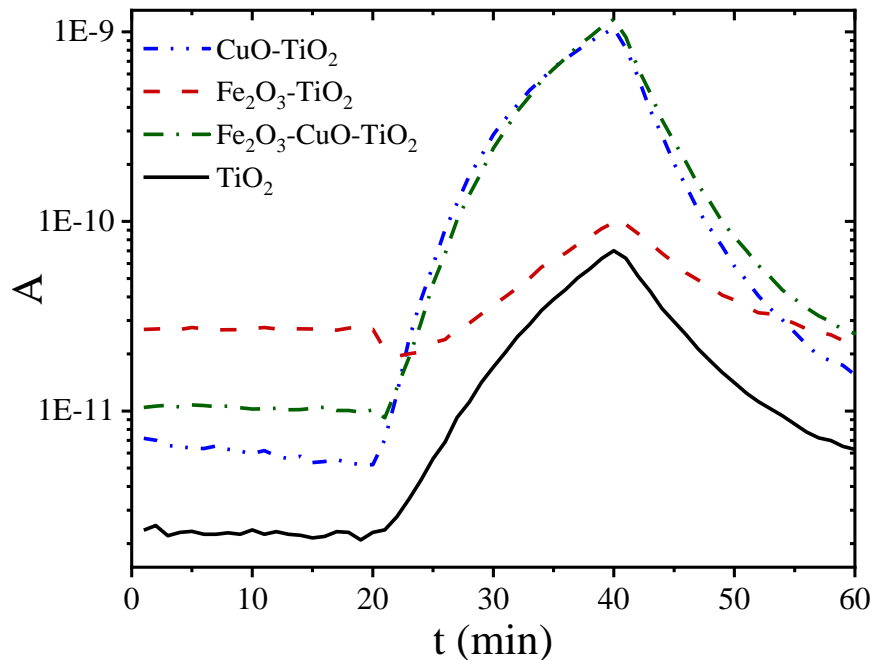
Figura 4.6 . Resultados de caracterización óptica de nanomateriales. (Transmitancia)



4.1.4 Foto respuesta

En la imagen 4.7 se grafica tiempo contra amperaje de los nanomateriales. Se dejaron en oscuridad 20 segundos, 20 segundos con luz y otra vez, 20 segundos en oscuridad. Se puede observar que todos tuvieron fotorespuesta, sin embargo, las np- $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$ - y np- CuO-TiO_2 fueron las que tuvieron una respuesta mayor y np- TiO_2 el de menor. La lámpara que se utilizó para la prueba tiene un rango de 360 – 950 nm indicándonos que llega al espectro de UV, esto justifica porque todas las muestras presentan fotorespuesta. Una mayor fotorespuesta de los nanomateriales que las np- TiO_2 sugiere un dopado principalmente de las nanopartículas que contienen cobre.

Figura 4.7. Resultados de fotorespuesta de nanomateriales. Voltaje aplicado 100 V, Lámpara de Tungsteno-halógeno, 100 W con una irradiancia de 2100 W/m^2 y rango de emisión de 360 a 950 nm de longitud de onda.

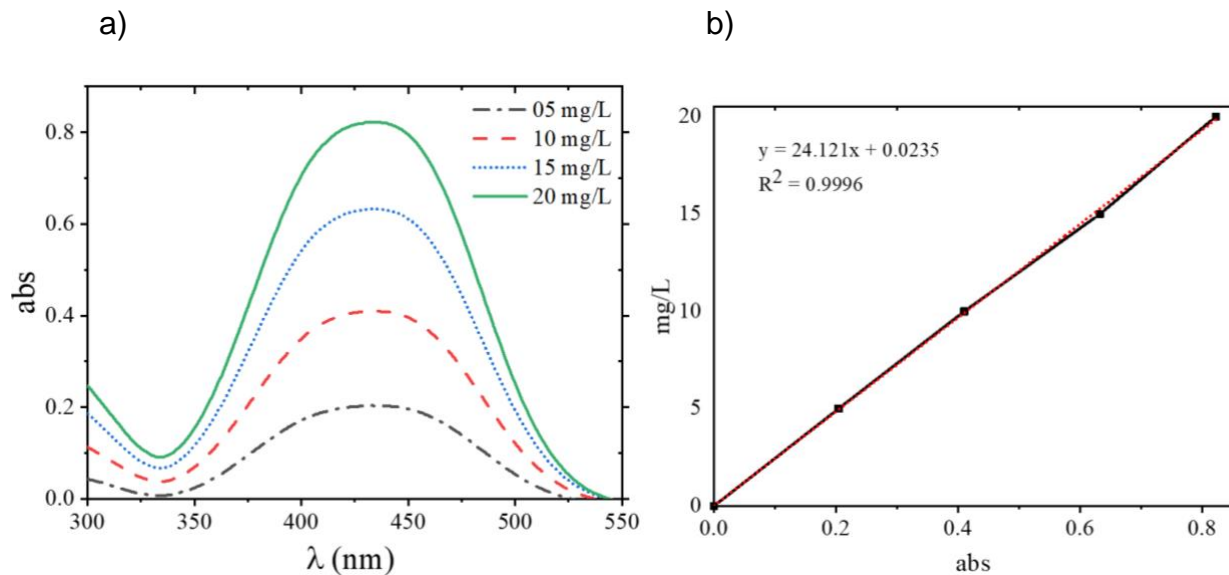


4.2. np-TiO₂ dopado en la degradación fotocatalítica del colorante Amarillo Ácido 36

4.2.1 Obtención de la curva de calibración

La obtención de la curva de calibración se realizó midiendo el espectro de absorbancia del colorante AA 36 (Figura 4.8), que es el pico de máxima absorción de este colorante, a diferentes concentraciones (Figura 4.8 a). Al graficar la absorbancia contra la concentración de AA36 (Figura 4.8 b) se observa una relación lineal. Las concentraciones hechas fueron 5 mg/L, 10 mg/L, 15 mg/L y 20 mg/L, y se tomó el pico de máxima absorción que está en los 436 nm. Se tomó el pico de absorbancia contra concentración.

Figura 4.8. Curva de calibración del colorante AA36.



4.2.2 Efecto de la temperatura en la degradación de AA36

Se realizaron pruebas para determinar la temperatura de trabajo. En la figura 4.9 se observa cómo disminuye la concentración del colorante con respecto al tiempo. Se tomó C/C_0 , que es la concentración normalizada, para poder comparar las diferentes curvas de decoloración ya que la C_0 puede ser diferente en cada reacción de decoloración. Se utilizaron 3 diferentes temperaturas 55°C, 60°C y 65°C, con 3 repeticiones cada una. Se midió la absorbancia a 436 nm y con la curva de calibración se obtuvo la concentración de colorante cada 3 minutos. También se realizó un estudio cinético para cada una de ellas (Tabla 4.2), donde se analizó que el parámetro ideal de temperatura que tiene una velocidad de reacción más rápida y con un R^2 cercano a 1 es la 60°C, a pesar de que las pruebas de 65°C cuentan con una velocidad de reacción más rápida, su R^2 es más alejado de la cinética de 1, y no hay una diferencia grande entre ambas. Por estas razones se eligió la temperatura de 60°C.

Figura 4.9. Pruebas de Temperatura. $[H_2O_2] = 2000$ mg/L, 0.125 g catalizador, $V = 50$ ml, $[AA36] = 50$ mg/L.

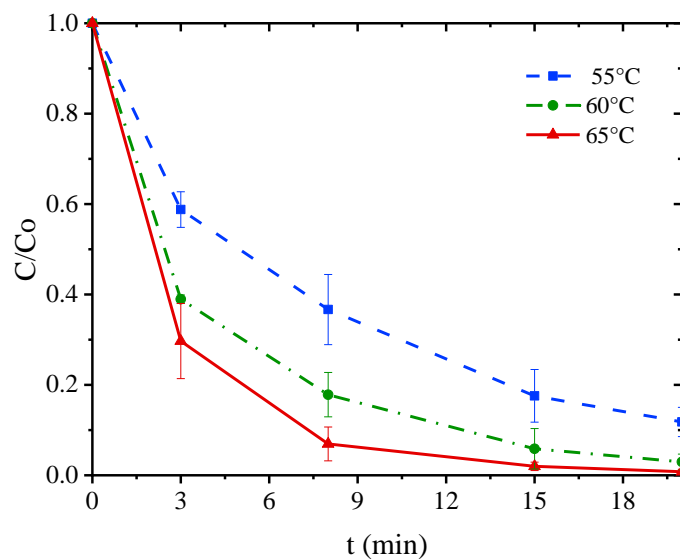


Tabla 4.2. Cinética con respecto a la temperatura

Temperatura	K, min ⁻¹	R ²
55°C	0.1080	0.9816
60°C	0.1672	0.9852
65°C	0.2554	0.9585

4.2.3 Efecto de la dosis de H₂O₂ en la degradación de AA36

En la imagen 4.10 se observa cómo cambia C/Co con respecto al tiempo con diferentes concentraciones de H₂O₂. El peróxido de hidrógeno es uno de los reactivos limitantes. En la gráfica se muestra que la diferencia en su velocidad de degradación con diferentes concentraciones de H₂O₂ no es significativa, principalmente para las últimas dos concentraciones; por lo que se eligió la concentración de 2250 mg/L de H₂O₂ y con base al estudio cinético que mostró una cinética de 1^o orden con un R² de > 0.99. (Tabla 4.3).

Figura 4.10. Efecto de la dosis de H₂O₂ en la degradación de AA36. T = 60°C, 0.125 g catalizador, V = 50 ml, [AA36]= 50 mg/L.

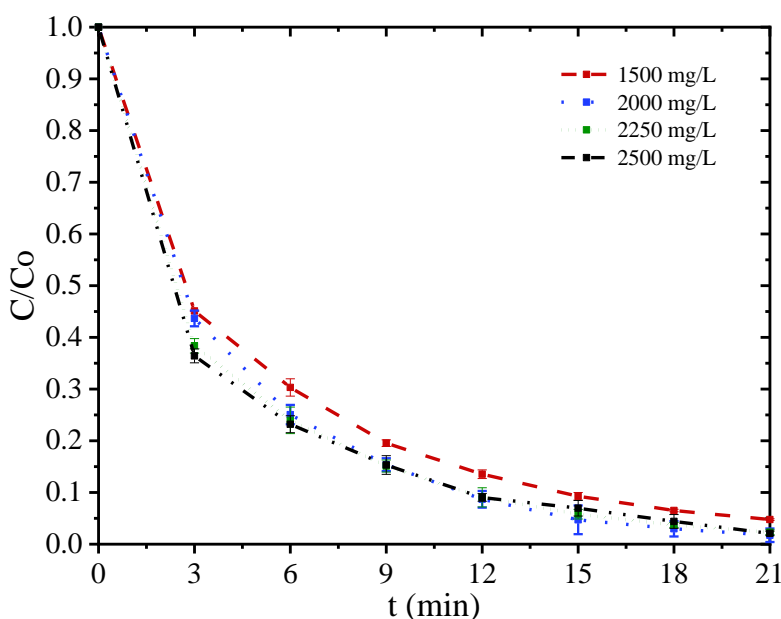


Tabla 4.3. Cinética con respecto a la concentración de H₂O₂

Cantidad de H ₂ O ₂	K, min ⁻¹	R ²
0.3 ml	0.1217	0.9802
0.4 ml	0.1588	0.9866
0.45 ml	0.1629	0.9904
0.5 ml	0.1765	0.9891

4.2.4 Efecto del pH en la degradación de AA36

El efecto del pH en la decoloración de AA36 se muestra en la figura 4.11. Se compararon del pH 3 al 11 donde sólo cambió la velocidad de reacción, sólo las reacciones con pH 5 y 6 mostraron una mayor velocidad de reacción que las obtenidas a los demás pH. Cuanto más ácido o básico es el sistema, es más significativa la disminución de la velocidad de reacción.

El mejor sistema fue pH 5 con una mayor velocidad de reacción y el más lento, el hecho a pH 3. Se realizaron 2 pruebas para cada pH para comparar su eficiencia (Figura 4.11) exceptuando los pH 3, 4, 5 y 10 donde se realizaron 3 pruebas para corroborar la baja o alta velocidad de reacción obtenida. También se realizaron los estudios cinéticos para cada sistema (Tabla 4.4) donde se analizó cual es el parámetro con el pH de mayor velocidad de reacción y con un R² cercano a 1 con una cinética de 1^o orden, que fue el obtenido a pH 5.

Figura 4.11. Efecto del pH en la degradación de AA36. T = 60°C, 0.125 g catalizador, V = 50 ml, [AA36]= 50 mg/L y [H₂O₂] = 2250 mg/L

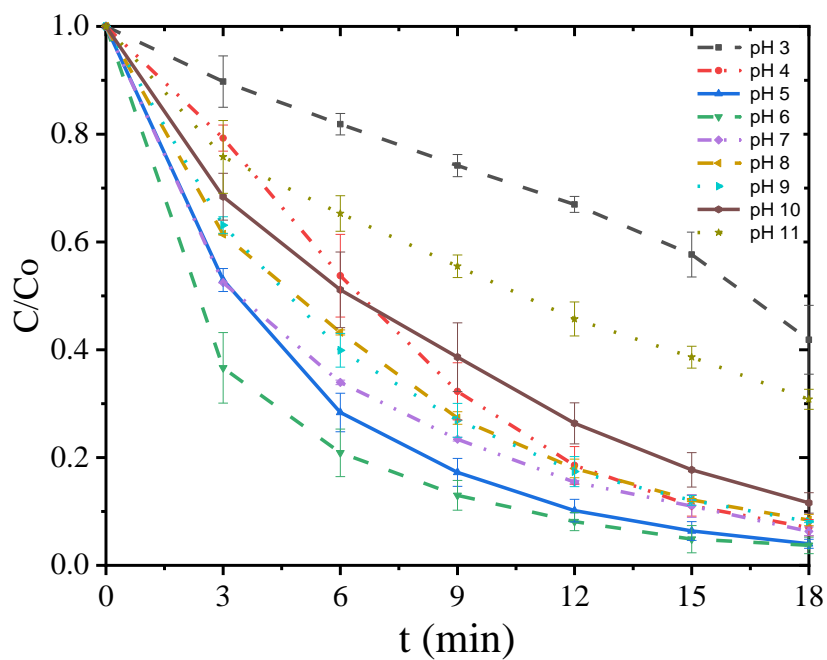


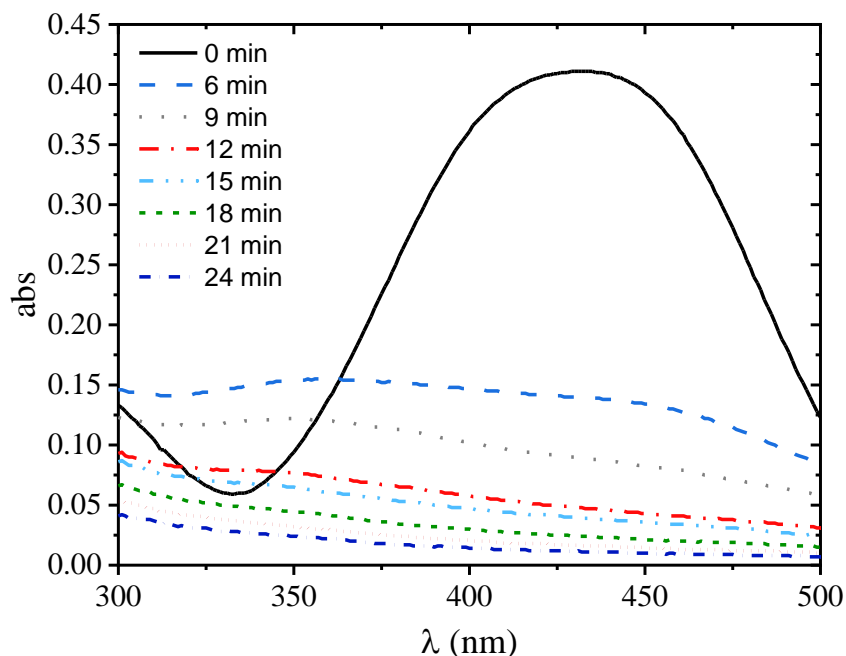
Tabla 4.4. Cinética con respecto al pH.

pH	K	R ²
3	0.0428	0.9542
4	0.1570	0.9854
5	0.1827	0.9960
6	0.1655	0.9649
7	0.1503	0.9943
8	0.1395	0.9980
9	0.1378	0.9980
10	0.1257	0.9920
11	0.0616	0.9968

4.2.5 Degradación con los parámetros optimizados

En la figura 4.12 se observa el espectro de absorción del colorante AA 36 a los diferentes tiempos de degradación del mismo. Teniendo ya todos nuestros parámetros de operación ($T = 60^{\circ}\text{C}$, 0.125 g catalizador, $V = 50\text{ ml}$, $[\text{AA36}] = 50\text{ mg/L}$, $[\text{H}_2\text{O}_2] = 2250\text{ mg/L}$ y $\text{pH} = 5$), se llevaron a cabo varias pruebas para comprobar la degradación donde en 24 minutos se tenía $< 1\text{ gr/L}$ del colorante obtenido por la correlación de su absorción. Se indicó que sí hay degradación ya que la respuesta del UV visible al finalizar la prueba fue que la muestra tendía a 0: ya no tenía compuestos con dobles enlaces aislados, triples enlaces, enlaces peptídicos, sistemas aromáticos, grupos carbonilos y otros heteroátomos que son características de los compuestos orgánicos. Esta es una técnica indirecta para saber que sí existe la degradación.

Figura 4.12. Degradación con los parámetros optimizados. $T = 60^{\circ}\text{C}$, 0.125 g catalizador, $V = 50\text{ ml}$, $[\text{AA36}] = 50\text{ mg/L}$, $[\text{H}_2\text{O}_2] = 2250\text{ mg/L}$ y $\text{pH} = 5$.

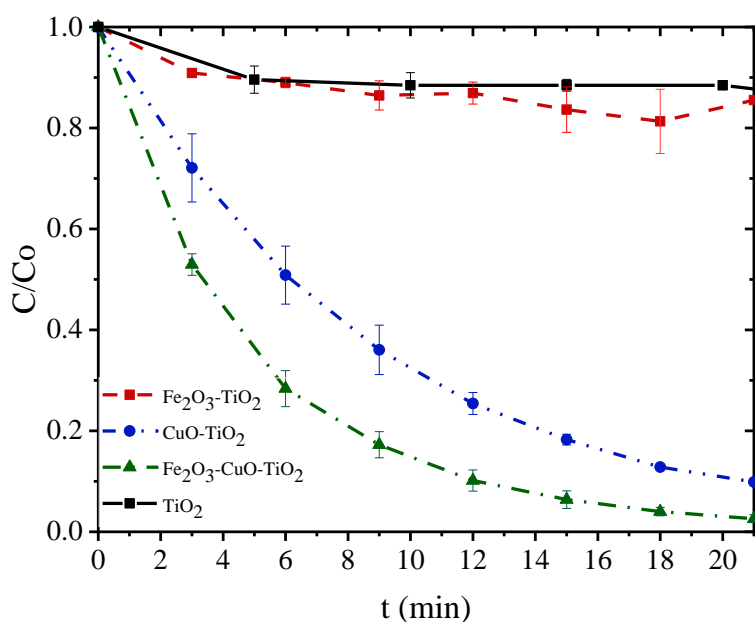


Además, se obtuvo un Carbono orgánico Total, COT de 5.6 mg/L (el 67.40% de degradación y el 100% de decoloración) en media hora de reacción lo que demuestra que aún hay materia orgánica pero la concentración de colorante es 0 demostrando que, si hay mineralización, pero no total.

4.2.6 Degradación fotocatalítica con los blancos.

En la figura 4.13 se observa cómo cambia C/C_0 con respecto al tiempo con los parámetros optimizados en los nanomateriales que contienen cobre. Los catalizadores $np\text{-TiO}_2$ y $np\text{-TiO}_2\text{-Fe}_2\text{O}_3$ no muestran degradación evidente del colorante AA 36. Se comprobó que el sistema $np\text{-TiO}_2\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO}$ degrada mejor al AA36 que el de $np\text{-CuO-TiO}_2$.

Figura 4.13. Resultados de degradación con los parámetros optimizados a los nanomateriales. $T = 60^\circ\text{C}$, 0.125 g catalizador, $V = 50$ ml, $[\text{AA36}] = 50$ mg/L, $[\text{H}_2\text{O}_2] = 2250$ mg/L y $\text{pH} = 5$.

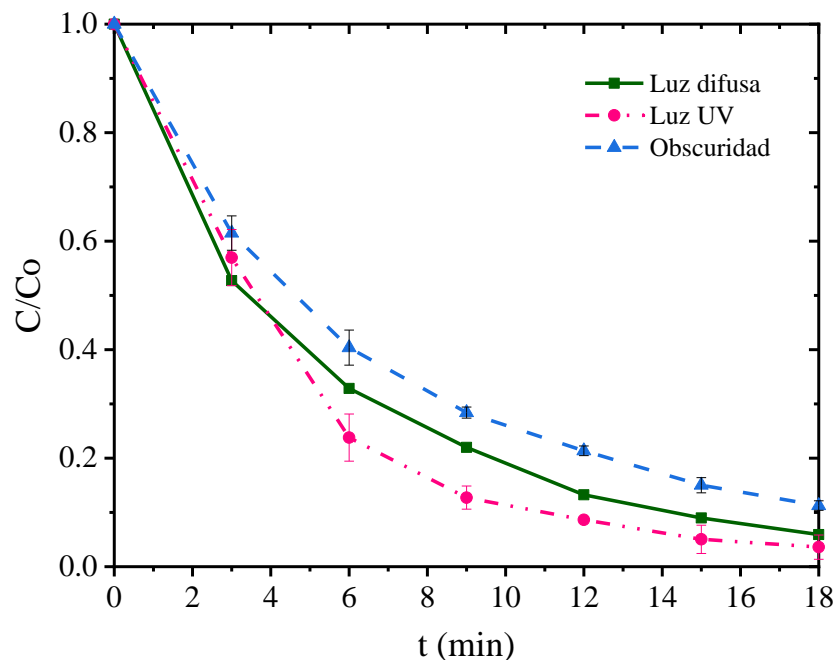


4.2.7 Comparación de los sistemas catalítico y fotocatalítico.

Una vez optimizado y obtenido el mejor nanomaterial que fue el np- $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CuO-TiO}_2$, se realizó la degradación fotocatalítica con luz UV y en la oscuridad, para compararla con lo obtenido en fotocátalisis con luz difusa. La Figura 4.14 muestra los resultados en la degradación de AA36 en cada una de estas pruebas.

Se puede observar que la mejor respuesta es con fotocátalisis con luz UV, aunque con muy poca diferencia con respecto a las pruebas fotocatalíticas con luz difusa, esto puede ser debido a que la lampara de luz UV es de baja potencia. Mientras que si se observa una mayor diferencia en la velocidad de reacción con luz difusa con respecto a la hecha en la oscuridad. Resaltando que hubo respuesta sin fotones presentes en la reacción.

Figura 4.14. Resultados de degradación con los parámetros optimizados con luz UV y en oscuridad. $T = 60^\circ\text{C}$, 0.125 g catalizador, $V = 50 \text{ ml}$, $[\text{AA36}] = 50 \text{ mg/L}$, $[\text{H}_2\text{O}_2] = 2250 \text{ mg/L}$ y $\text{pH} = 5$.



Los resultados muestran que hay poca diferencia entre los sistemas sin iluminación y con iluminación UV lo cual muestra que es más conveniente no usar UV por el costo que implica la iluminación. Se realizó el análisis de COT para la prueba fotocatalítica con luz UV que se mantuvo en un valor de 5 mg/L que es ligeramente más bajo que el obtenido en catálisis con luz difusa.

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Conclusiones

En la síntesis y caracterización, los nanomateriales presentaron un comportamiento similar en cada lote. Mediante XRD se determinó que hubo una buena dispersión de los dopantes con tamaño de cristal de 11.74 nm a 20.16 nm, que fue confirmado mediante STEM. Mediante el análisis de fotorespuesta y por caracterización óptica (Transmitancia y obtención del band gap), se determinó que sí hubo dopado de las np-TiO₂ ya que hubo mayor fotorespuesta con los nanomateriales que contenían cobre y hierro principalmente los que contenían cobre. Aunque sí hubo un corrimiento al rojo de la band gap los datos obtenidos necesitan ser corregidos por porosidad ya que muestran valores muy bajos, principalmente para CuO. Se realizó la determinación de parámetros en la que las condiciones elegidas para decolorar fueron: Temperatura: 60°C, [H₂O₂]=2250 mg/L, pH = 5 y 0.125 g de catalizador por cada 50 mg/L AA36, con un volumen de trabajo de 50 mL. Se confirmó la degradación, (se determinó con el seguimiento de la disminución de la absorbancia a 436 nm y con el uso de la curva de calibración se determinó la concentración del colorante AA36), que mostró una disminución cercana a 0 con las condiciones elegidas. También se determinó la degradación del colorante mediante la medición de COT para las muestras optimizadas con y sin luz UV. Lo que es importante mencionar ya que demostró que las nanopartículas degradan sin la presencia de luz. También se estableció que, en este caso, es más conveniente la degradación del colorante AA36 mediante la fotocatalisis con luz difusa ya que implica menos costos de operación al eliminar la iluminación UV.

Recomendaciones

Aunque se realizó COT y se verificó que sí hubo degradación/mineralización también puede ser conveniente que se realicen pruebas de adsorción y corrección de la curva de calibración por cambios de color al cambiar el pH.

En estas pruebas se usó una cantidad de peróxido adecuada para poder realizar las pruebas cinéticas, sin embargo; para sistemas con rehúso de agua, aunque los tiempos sean más largos se debe ajustar la concentración de H_2O_2 a valores que una concentración final cercana a 0.

Los nanomateriales obtenidos pueden ser probados para la degradación o decoloración de otros contaminantes recalcitrantes y en otras áreas como producción de energía mediante celdas solares o producción de hidrógeno.

6. REFERENCIAS

- Abella Rodríguez, G. (2015). Mejora De Las Propiedades De Materiales A Base De Cemento Que Contienen TiO_2 : Propiedades Autolimpiantes (Doctoral Dissertation, Caminos). Universidad Politécnica De Madrid.
- Ahmad, Chin, JY, AL y Low, SC (2023). Eliminación de antibióticos oxitetraciclina mediante fotocatalizador dióxido de titanio y nitruro de carbono grafitico en aguas residuales de acuicultura. Revista de gestión ambiental , 343 , 118231.
- Amor Carlos, Leonilde Marchão, Marco S. Lucas, and José A. Peres. (2019) "Application of Advanced Oxidation Processes for the Treatment of Recalcitrant Agro-Industrial Wastewater: A Review" Water 11, no. 2: 205. <https://doi.org/10.3390/w11020205>
- Barrios Ziolo, L. F., Gaviria Restrepo, L. F., Agudelo, E. A., & Cardona Gallo, S. A. (2016). Estudio de la toxicidad asociada al vertimiento de aguas residuales con presencia de colorantes y pigmentos en el Área Metropolitana del Valle de Aburrá. Revista EIA, (26), 61-74.
- Bautista Ruiz, J. H., Ortiz Otálora, C. A., Parada Albarracín, B. C., & Vera López, E. (2008). El proceso sol-gel.
- Berrones Hernández, R. (2019). Catálisis heterogénea con catalizadores óxido-metálicos ZrO_2 y TiO_2 en los procesos de producción de Biodiésel (Tesis de Maestría, Universidad de Ciencias y Artes de Chiapas).

- Brito, J. G. (2011). Estudio de catalizadores nimo carburados, soportados sobre $\text{TiO}_2\text{-mcm-41}$ y su actividad catalítica en reacciones de hidrodeshulfuración (Doctoral dissertation, Universidad de Oriente).
- Carlucci, C., Degennaro, L., & Luisi, R. (2019). Titanium dioxide as a catalyst in biodiesel production. *Catalysts*, 9(1), 75.
- Castañeda-Juárez, M., Martínez-Miranda, V., Almazán-Sánchez, P. T., Linares-Hernández, I., Santoyo-Tepole, F., & Vázquez-Mejía, G. (2019). Synthesis of TiO_2 catalysts doped with Cu, Fe, and Fe/Cu supported on clinoptilolite zeolite by an electrochemical-thermal method for the degradation of diclofenac by heterogeneous photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 380, 111834.
- Churata Salcedo, L. M. (2017) Degradación Del Colorante Azoico Textil Naranja li Por El Método De Fotocatálisis Heterogénea. Universidad Nacional De San Agustín De Arequipa.
- Cuitiño Rosales, M. G., Esteves Miramont, A., Maldonado, G., & Rotondaro, R. (2015). Análisis de la transmitancia térmica y resistencia al impacto de los muros de quincha.
- De la Horra, C. (2023). 22402-Química general e inorgánica-Cinética química.
- Deza Martí, E. (2017). Estudio de catalizadores basados en nanopartículas de TiO_2 para la degradación fotocatalítica del colorante cibacrón navy H-2G presente en efluentes textiles. Universidad Nacional Mayor de San Marcos

- Domènech, X., Jardim, W. F., & Litter, M. I. (2001). Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes. Eliminación de contaminantes por fotocatalisis heterogénea, 2016, 3-26.
- Durazo Flores, David (2018). Degradación fotocatalítica de colorantes por catalizadores de Cu soportados en TiO₂. Universidad de Sonora
- Escobar-Alarcón, L., & Solís-Casados, D. A. (2021). Desarrollo de fotocatalizadores basados en TiO₂ en forma de película delgada para la degradación de moléculas orgánicas en solución acuosa. Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología, 14(26).
- Etacheri, V., Di Valentin, C., Schneider, J., Bahnemann, D., & Pillai, S. C. (2015). Visible-light activation of TiO₂ photocatalysts: Advances in theory and experiments. Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews, 25, 1-29.
- García, C., Woolfolk, L. G., Martín, N., Granados, A., & De los Reyes, J. A. (2012). Evaluación de catalizadores mono-y bimetálicos soportados en Al₂O₃-TiO₂ en la hidrodecloración de 1, 2-dicloroetano. Revista mexicana de ingeniería química, 11(3), 463-468.
- García, N. M. (2015). Degradación De Contaminantes Emergentes Mediante TiO₂ Inmovilizado E Irradiación Solar (Doctoral Dissertation, Universidad De Almería).
- Garzón Cucaita, A. (2023). Sólidos Basados En A-Fe₂O₃ Como Catalizadores De Procesos Tipo Fenton. Universidad Nacional De Colombia.

- Garzón-Cucaita, Valentina & Carriazo, José. (2022). Óxidos de hierro como catalizadores de procesos tipo Fenton con potencial aplicación en tecnologías de remoción de contaminantes. *Tecnológicas*. 25. 1-36. 10.22430/22565337.2393.
- Gawande M.B., Pandey R.K., Jayaram R.V. (2012) Role of mixed metal oxides in catalysis science—versatile applications in organic synthesis. *Catal. Sci. Technol.* 2, 1113-1125.
- Gil Pavas, E., Quintero Olaya, L., Rincón Uribe, M., & Rivera Agudelo, D. (2007). Degradación De Colorantes De Aguas Residuales Empleando Uv/TiO₂/H₂O₂/Fe. *Revista Universidad Eafit*, 43(146), 80-101.
- Giraldo, L. F. G., Ángel, M. L. H., Mesa, G. A. P., Restrepo, A. R., & Palacio, J. A. S. (2005). Degradación De Aguas Residuales De La Industria Textil Por Medio De Fotocatálisis. *Revista Lasallista De Investigación*, 2(1), 15-18.
- Giraldo, L. F. G., Franco, E. A. M., & Arango, J. J. S. (2004). La Fotocatálisis Como Alternativa Para El Tratamiento De Aguas Residuales. *Revista Lasallista De Investigación*, 1(1), 83-92.
- González, C. A. R., Bustos, D. R., Hernández, C. S., Rodríguez, E. E., & Hernández, M. M. S. (2015). Obtención de Nanopartículas de Cobalto mediante el proceso sol gel. *Universidad de Guanajuato*
- González, C., Valbuena, A., Celis, B., Perentena, L., & Colina, M. (2015). Degradación oxidativa de quitosano con peróxido de hidrógeno. *Revista Iberoamericana de Polímeros y Materiales*, 16(1), 43-68.

- Hernández Ruíz, K., & Sifuentes Calvillo, P. (2012). Síntesis de membranas compósitas de sílice/quitosán por medio del proceso sol-gel para aplicaciones en celdas de combustible.
- Huaman, M. A. L. (2021). Proceso Sol-Gel en la Síntesis de Dióxido de Silicio (SiO₂). Revista Bases de la Ciencia, 6(2), 1-12.
- Ingaruca, K. (2021). Evaluación del tiempo de contacto y la concentración de nanopartículas de dióxido de titanio en la desinfección de las bacterias E. coli de las aguas residuales municipales tratadas. Tesis para optar el título profesional de Ingeniera Ambiental, Escuela Académico Profesional de Ingeniería Ambiental, Universidad Continental, Huancayo, Perú.
- J. N. Castillo Cervantes. (2015). Remoción de Colorantes Tipo Azo Usando Líquidos Iónicos. Tesis Magistral, Centro de Investigación e Innovación Tecnológica, Instituto Politécnico Nacional.
- Karim, K. M. R., Jebi, M. A. P., Ong, H. R., Abdullah, H., Tarek, M., Cheng, C. K., & Khan, M. M. R. (2018). CuO-TiO₂ as a visible light responsive photocatalyst for the photoelectroreduction of CO₂ to methanol. In Natl. Conf. Postgrad. Res (pp. 103-111).
- Khezrianjoo, S., & Revanasiddappa, H. D. (2013). Photocatalytic degradation of acid yellow 36 using zinc oxide photocatalyst in aqueous media. Journal of Catalysts, 2013.
- López A., (2015). Estudio del proceso de degradación electroquímica de

colorantes tipo ftalocianina en matrices acuosas contaminadas con azul lanasol 8G. Tesis Magistral, Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica.

- López - Ayala, Susana. (2011). Membranas Fotocatalíticas De Nanotubos Y Nanoalambres De TiO₂ Sensibilizado. 10.13140/2.1.4327.9048.
- López-Ayala, S., & Rincón, M. E. (2011). Catalytic and photocatalytic performance of mesoporous Cu_xO–TiO₂. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 222(1), 249-257.
- López-Ayala, S., Rincón, M. E., & Pfeiffer, H. (2009). Influence of copper on the microstructure of sol–gel titanium oxide nanotubes array. *Journal of materials science*, 44, 4162-4168.
- López-Ayala, S., Rincon, M. E., Alfaro, M. Q., Bandala, E. R., Rojas, M. M., & Castaño, V. M. (2015). Nanocrystalline titania xerogels doped by metal precursors in the photocatalytic degradation of 2, 4-D sodium salts. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 311, 166-175.
- Luna, J. A. T., & Carriazo, J. G. (2017). Degradación fotocatalítica del colorante amarillo reactivo 145 empleando estructuras de Fe (III)-TiO₂ sintetizadas del mineral ilmenita. *Revista Facultad de Ciencias Básicas*, 13(1), 42-49.
- Manuputty, M. Y., Dreyer, J. A., Sheng, Y., Bringley, E. J., Botero, M. L., Akroyd, J., & Kraft, M. (2019). Polymorphism of nanocrystalline TiO₂ prepared in a stagnation flame: formation of the TiO₂-II phase. *Chemical science*, 10(5), 1342-

1350.

- Manzoor, M., Rafiq, A., Ikram, M., Nafees, M., & Ali, S. (2018). Structural, optical, and magnetic study of Ni-doped TiO₂ nanoparticles synthesized by sol-gel method. *International Nano Letters*, 8, 1-8
- Marín González, N. (2022) Oxidación catalítica en medio heterogéneo de un colorante azoico empleando el sistema peróxido activado con bicarbonato (Doctoral dissertation, Universidad Nacional de Colombia).
- Montalvo Amanca, F. (2018). Síntesis y caracterización estructural de hidroxiapatita dopada con plata mediante el método sol-gel. Universidad Nacional Mayor de San Marcos.
- Morais Ezquerro, S. B., & Atienza Boronat, M. J. (2019). Cinética química: Ley diferencial de velocidad.
- Morales, L. G. M. (2022). Combinación de ZnO o TiO₂ con nanopartículas de oro para la remoción del colorante Naranja de Metilo del agua (Doctoral dissertation, Tesis de grado). Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, Baja California. México).
- Morales, M. G. (2018). Degradación De Colorantes Por Técnicas Fotoquímicas. Universidad Nacional De Rio Cuarto.
- Moreno, A., Figueroa, D., & Hormaza, A. (2012). Adsorción de azul de metileno sobre cascarilla de arroz. *Producción+ limpia*, 7(1), 9-18.

- Moreno, B., Caraballo, M., Jurado, J. R., & Chinarro, E. (2009). Una Revisión Del Uso Del TiO₂ En Terapias E Ingeniería Tisular. Boletín De La Sociedad Española De Cerámica Y Vidrio, 48(6), 321-328.
- Mosquera, E., Rosas, N., Debut, A., & Guerrero, V. H. (2015). Síntesis y caracterización de nanopartículas de dióxido de titanio obtenidas por el método de sol-gel. Revista Politécnica, 36(3), 7-7.
- Nevárez-Martínez, M. C., Espinoza-Montero, P. J., Quiroz-Chávez, F. J., & Ohtani, B. (2017). Fotocatálisis: inicio, actualidad y perspectivas a través del TiO₂. Avances en Química, 12(2-3), 45-59.
- Osorio, N. W. (2012). pH del suelo y disponibilidad de nutrientes. Manejo integral del suelo y Nutrición vegetal, 1(4), 1-4.
- Pacheco, D., Diaz, J., & Jiménez, C. (2014). Estudio teórico utilizando primeros principios del TiO₂ dopado con N, Cr, V, Co, Al, Ga. Revista Colombiana de Materiales, (5), 202-208.
- Palma, M. T. R., Acuña, R. H., Acosta, G. E., & Padrón, G. H. (2010). Estado del arte del proceso sol-gel en México. CIENCIA ergo-sum, 17(2), 183-188
- Pant, B., Park, M., & Park, S. J. (2019). Recent advances in TiO₂ films prepared by sol-gel methods for photocatalytic degradation of organic pollutants and antibacterial activities. Coatings, 9(10), 613.
- Pantoja-Espinoza, J. C. (2015). Estudio De La Degradación De Materia Orgánica

Presente En Aguas Residuales Municipales Mediante El Uso De Dióxido De Titanio (TiO_2) Como Fotocatalizador (Doctoral Dissertation).

- Pantoja-Espinoza, J. C., Proal-Nájera, J. B., García-Roig, M., Cháirez-Hernández, I., & Osorio-Revilla, G. I. (2015). Eficiencias Comparativas De Inactivación De Bacterias Coliformes En Efluentes Municipales Por Fotólisis (Uv) Y Por Fotocatálisis (Uv/ $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$). Caso: Depuradora De Aguas De Salamanca, España. *Revista Mexicana De Ingeniería Química*, 14(1), 119-135.
- Parrino, F., & Palmisano, L. (Eds.). (2020). *Titanium Dioxide (TiO_2) and Its Applications*. elsevier.
- Picquart, M., & Morales, I. C. (2017). De la temperatura y su medición. *Latin-American Journal of Physics Education*, 11(1), 10.
- Rioja-Leal, N. (2019). Estudio de la degradación fotocatalítica de contaminantes emergentes: desarrollo de composites fotoactivos y aplicación en un reactor de lecho spouted. Universidad de Navarra
- Rodríguez, O. G. (2016). Hierro soportado en sólidos como fuente de hierro para el proceso fenton, electro-fenton y foto-electrofenton ¿Una verdadera generación heterogénea del reactivo fenton o simplemente un proceso homogéneo? Centro De Investigación Y Desarrollo Tecnológico En Electroquímica
- Salgado Mendoza, P. R. (2017). Especies oxidantes producidas por sistemas Fenton y tipo Fenton conducidos por 1, 2-dihidroxibencenos.

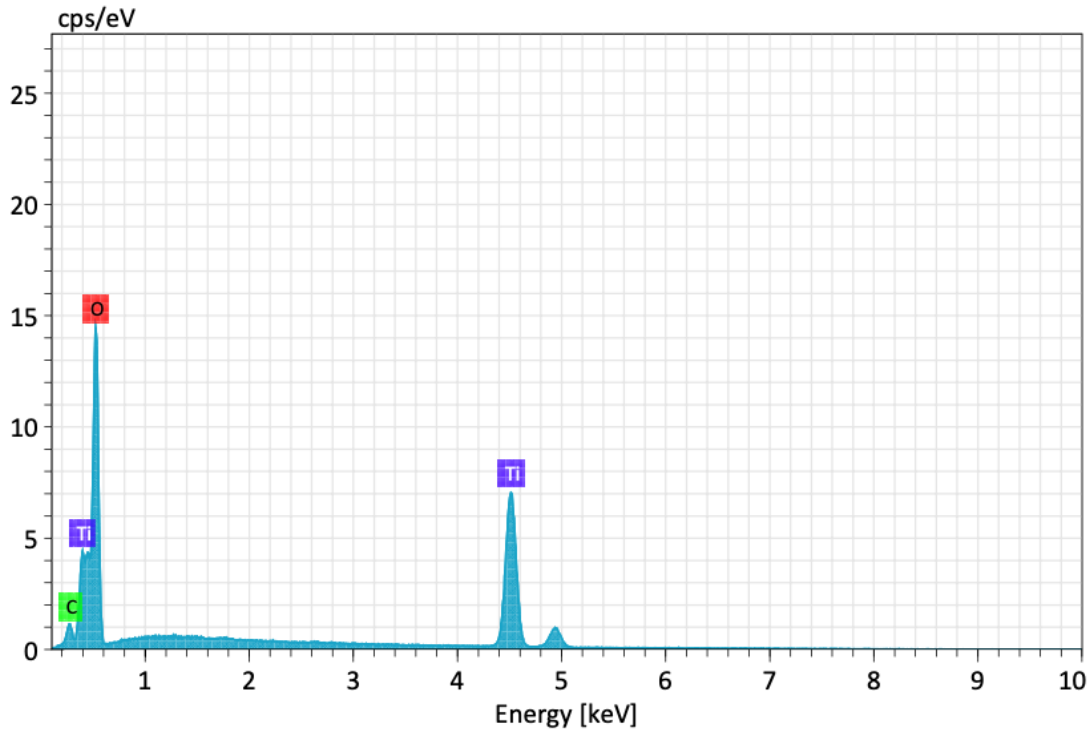
- Sivashankar, R., Sathya, AB, Vasantharaj, K. y Sivasubramanian, V. (2014). Compuesto magnético, un súper adsorbente ambiental para el secuestro de colorantes: una revisión. *Nanotecnología ambiental, monitoreo y gestión* , 1 , 36-49
- Tobón Carvajal, Y. A., & Peñaloza, M. A. (2014). Evaluación de la degradación del colorante amarillo reactivo, útil en la industria textil por fotodegradación con métodos comparativos entre catálisis heterogénea (TiO₂) y homogénea (fotofentón).
- Tomás, F. M. Á., Vega, N. C., Comedi, D. M., Katz, N. E., & Fagalde, F. (2023). Sensibilización De TiO₂ Con Complejos De Ru (II) Utilizando 4-Metil-2, 2'-Bipiridina-4'-Carbonitrilo Como Ligando De Anclaje Para El Desarrollo De Celdas Solares. Libro De Resúmenes Xxiii Cafqi.
- Torres Martínez, L. M., & Ruiz Gómez, M. A. (2011). Estudio de las propiedades estructurales, texturales y catalíticas de TiO₂ dopado con indio y níquel. *Ingenierías*, 14(53), 23-34.
- Visco, G., Campanella, L. y Nobili, V. (2005). Carbonos orgánicos y TOC en aguas: una visión general de la norma internacional para sus mediciones. *Revista Microquímica* , 79 (1-2), 185-191.
- Zalbidea Muñoz, M. A. (2017). *Nociones Básicas Sobre Materiales Colorantes*. Universitat Politècnica De València.
- Zanella, R. (2014). *Aplicación de los nanomateriales en catálisis*. Mundo nano.

Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología, 7(12), 66-82.

- Zaruma, P., Proal, J., Hernández, I. C., & Salas, H. I. (2018). Los colorantes textiles industriales y tratamientos óptimos de sus efluentes de agua residual: una breve revisión. Revista de la Facultad de Ciencias Químicas, (19), 38-47.

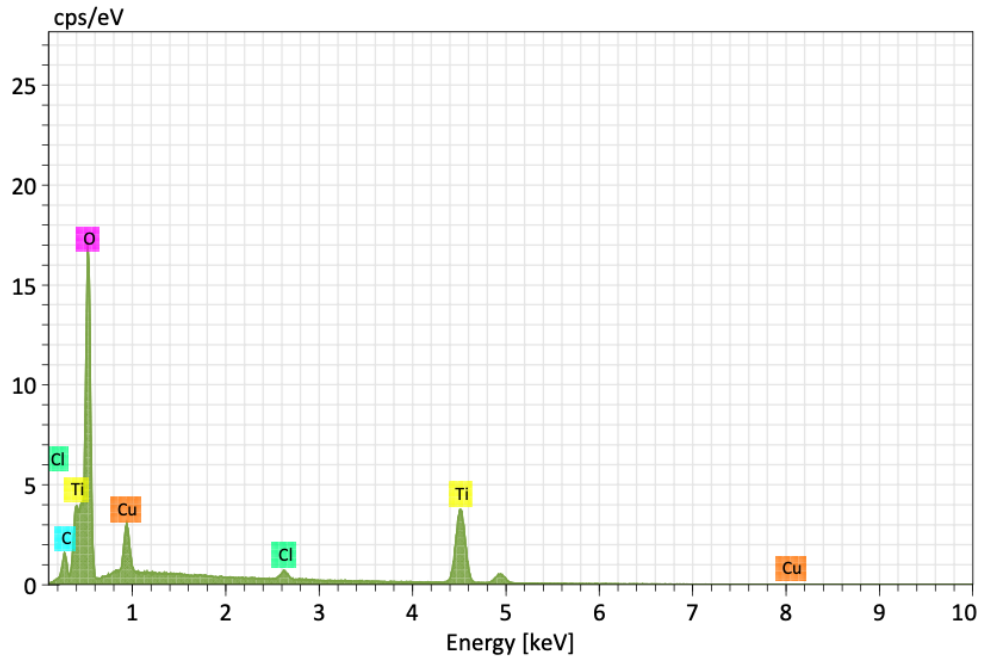
Anexo A

Figura 6.1. EDS np-TiO₂.



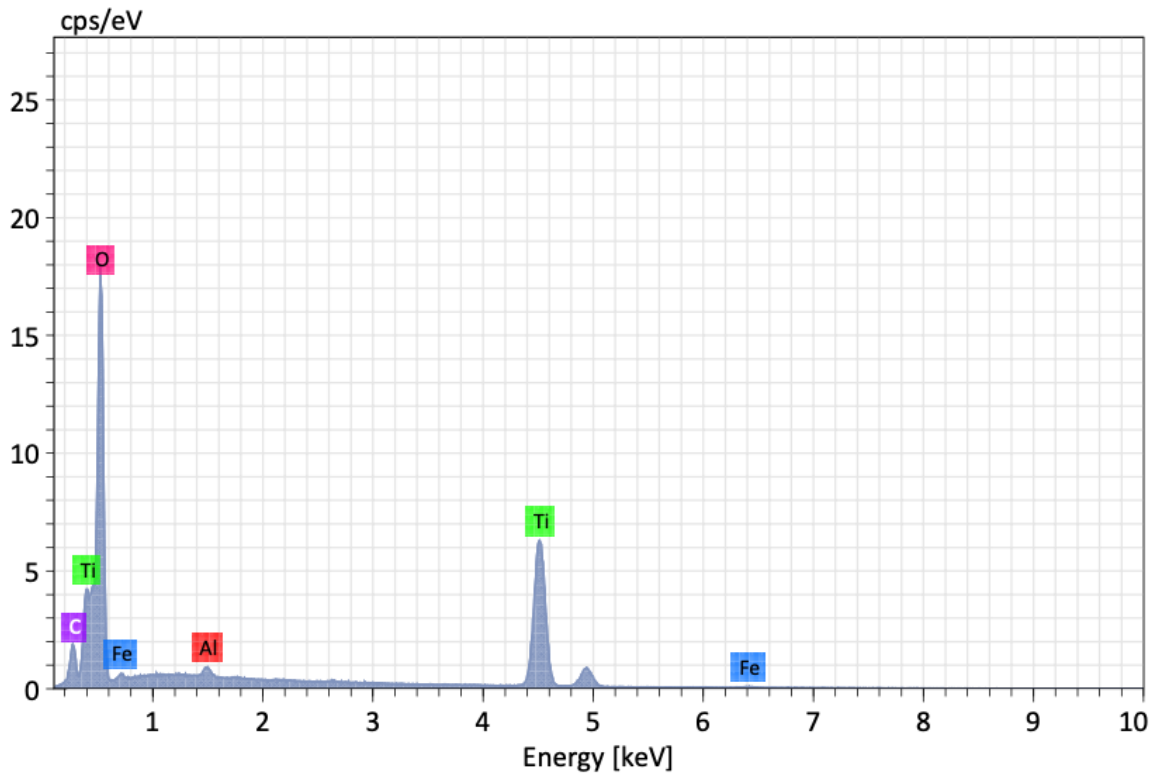
Element	At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	rel. error [%] (1 sigma)
Titanium	22	173779	59.59	52.78	27.05	2.07	3.47
Oxygen	8	155646	52.21	46.24	70.94	5.78	11.06
Carbon	6	5634	1.11	0.98	2.01	0.20	17.58
Sum			112.91	100.00	100.00		

Figura 6.2. EDS np-CuO-TiO₂.



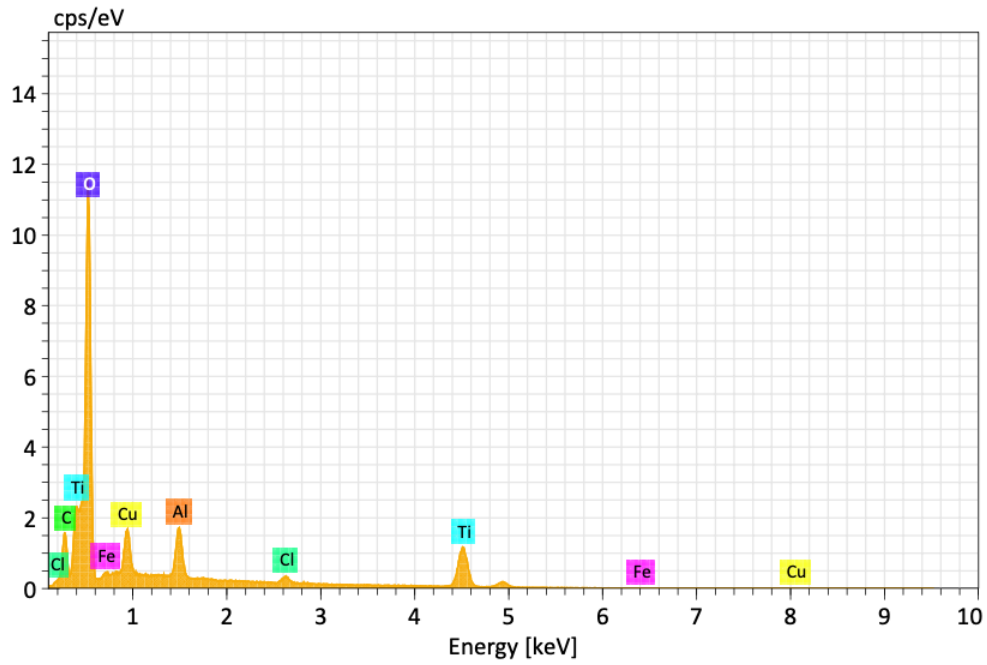
Element	At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	rel. error [%] (1 sigma)
Oxygen	8	202718	54.99	51.15	73.71	6.01	10.93
Titanium	22	104070	37.50	34.88	16.80	1.32	3.51
Copper	29	41772	11.16	10.38	3.77	1.36	12.18
Carbon	6	12328	2.87	2.67	5.13	0.42	14.47
Chlorine	17	8806	0.99	0.92	0.60	0.06	6.22
Sum			107.51	100.00	100.00		

Figura 6.3. EDS np- Fe₂O₃-TiO₂

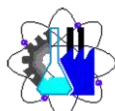


Element	At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	rel. error [%] (1 sigma)
Oxygen	8	241141	61.21	49.66	72.72	6.64	10.86
Titanium	22	203325	57.91	46.98	22.99	2.01	3.47
Carbon	6	13394	2.20	1.78	3.48	0.32	14.59
Iron	26	1360	1.53	1.24	0.52	0.11	7.34
Aluminium	13	7386	0.42	0.34	0.29	0.04	10.79
		Sum	123.26	100.00	100.00		

Figura 6.4. EDS np- Fe₂O₃-CuO-TiO₂



Element	At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	rel. error [%] (1 sigma)
Oxygen	8	210182	50.46	56.41	72.81	5.51	10.92
Titanium	22	48506	20.65	23.09	9.96	0.74	3.59
Copper	29	34757	9.56	10.69	3.47	1.19	12.41
Carbon	6	22460	5.99	6.69	11.51	0.78	13.09
Aluminium	13	35126	2.12	2.38	1.82	0.12	5.72
Chlorine	17	5957	0.65	0.73	0.43	0.05	7.63
Iron	26	0	0.00	0.00	0.00	0.00	2.34
		Sum	89.44	100.00	100.00		



**FORMA T4
NOMBRAMIENTO COMITÉ REVISOR**

Cuernavaca, Mor., a 21 de febrero de 2024

**DR. ORLANDO FUENTES CASTAÑEDA
DR. FABIAN JESUS RENDÓN HERNÁNDEZ
DRA. FERNANDA MORALES GUZMÁN
Docentes de la FCQel
DRA. ELSA CARMINA MENCHACA CAMPOS
DRA. SUSANA LÓPEZ AYALA
Investigadoras CIICAp
P R E S E N T E**

Me permito comunicarles que han sido designados integrantes del **COMITÉ REVISOR** del trabajo de **TESIS** titulada:

Síntesis y caracterización de TiO₂ dopado con hierro y cobre y su aplicación en la degradación fotocatalítica del colorante tipo azo amarillo ácido 36.

Que presenta la C. ZAYDA ABIGAIL URIBE ROSALES

Dirigido por: DRA. ELSA CARMINA MENCHACA CAMPOS y DRA. SUSANA LÓPEZ AYALA

Del programa educativo de: INGENIERÍA QUÍMICA de la FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS E INGENIERÍA. Para obtener el grado académico de: LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA.

ATENTAMENTE

Por una humanidad culta

Se anexa firma electrónica

M. en E. ANGÉLICA GALINDO FLORES

Directora interina de la FCQel

D I C T A M E N

M. en E. ANGÉLICA GALINDO FLORES

Directora interina de la FCQel

P R E S E N T E

En respuesta a su amable solicitud para emitir DICTÁMEN sobre el trabajo que se menciona, me permito informarle que nuestro voto es:

VOTO	NOMBRE
APROBATORIO	DR. ORLANDO FUENTES CASTAÑEDA
APROBATORIO	DR. FABIAN JESUS RENDÓN HERNÁNDEZ
APROBATORIO	DRA. ELSA CARMINA MENCHACA CAMPOS
APROBATORIO	DRA. FERNANDA MORALES GUZMÁN
APROBATORIO	DRA. SUSANA LÓPEZ AYALA

Se anexan firmas electrónicas de cada revisor, en las cuáles se incluye la fecha y hora que se ha emitido el voto aprobatorio.

AGF/fmg





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

ANGELICA GALINDO FLORES | Fecha:2024-02-22 19:37:22 | Firmante

sqJlBBzwa1Rgvbu8B2tw/sOBqfuox9bv1KKfeohqtMkVGhUgm3kBpnHRNmulAg7F9Sk+jZA0fys6Q6zZX3LCZ0TZCPN/sf3mfWt/W89fEkRZKRLRTosaChT7fAp0QN/w2vPBXF3DrX1OeUqjSbSnXovkrvL01Cj4XrSi5czP8SGWBnwgoijO1DhLc0ANhz4QfaW9bZ772WjyOMeLRdLtPx3eKtUfrR/H4I72CjD/5Q9kqppG4g4ZEEh5g6wyjQBKtZtU/P3J04jV9akzFyWwN8EA4k5NUD9fMrs7LtYZkj3tAXcAoY10ZHoOtWAukWS36ycbKhoor/YQr+FHJiOg==

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



[AQFsC6aZK](#)

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/rqTPkH58qBdibALLJrXcSAiMkFDiYTo>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

FABIAN JESUS RENDON HERNANDEZ | Fecha:2024-02-23 15:22:34 | Firmante

YCHauYApBnly4P8H1mTh20f1yfs4p9Dp48tG/7uW7P02wMZLXSceaP++D8v9zJfTwxV20t0rJtz5bC7ss9CXA0gi4ufGs3xCpZCCn9NCEW8BzJdtaYyIAkr+F3PqnTk4VcsDC2cua/f7bmyHFIAbk8GCyExoa1j4LiwA8Uc03nQEysR+m06Enim39Uf4dZT8Rb/k80DRT7K1LEBPpR3M3oWv4VpbHZ69Rvn0fC7Tf+YfThBoEcczpRwuR0yEbBXUQ4kwwyOHB78b4zkdF3S7cosYg6OZwXBMDwWz5LGB3kWoL2RBx5O6JgS/YAJiqT3gHa7T54D4wdxR/P19v6EMA==

SUSANA LÓPEZ AYALA | Fecha:2024-02-23 16:29:46 | Firmante

IQk2KZgd0s4/0JRMVvV0LXNg1jNzp+tdzRfLRx2dWF4oJYq/nkb3vDXVwHsSdNqgN/4YDcnxehIUbC1FggsyYYKq2oxOD03aM8vGpeyJdYiK9ymrttcB4Gz6Y0CwFJ9/oH/CEVGizMGnnR5E1IzkHwyy5z4HPJEZSHKYkoDLazo5C7kWx9V7eOr/lmSiBx+Up3NBG/bLwruL/KtW/o3MMW5AlouDJBu5FRljgcTLNfgUA4eSSUs0sR8PtJV0oeXkF62YgUrOijlB1OAF9Vpntb4u5hgEPGEU1MnIVT9eFjEZFUeyfRsse5Ona3UHWWhDOMWT4epsGyAjMAhajEGRYKw==

ELSA CARMINA MENCHACA CAMPOS | Fecha:2024-02-25 12:30:19 | Firmante

S6QsdYGERQISyOLEFEC7HUJnLlpzhLkjl+HPXon7/CitNb4EnfiV4LnPZAa0+RH0gy2FryInVP9UKdypjL9INRy0T6Whd6C0j32bN9qv3hVor8xHcF9ebqArQeIU7YIf0rH0N74CA24rGNBJU/mufkKmyg4QG0i3syNAeNC+ttbHCrsJ6YbJAZjFGDNpd8ZEIj/kewDA8Xcp8aYaN3TRbeAO+tiq/yzN3dVjKmm9LexGWUT0M2VmQMd2kKwGFSjjeAhbqs26f0n72O/WuhmVRk0xgyf4msxvWqtYNXW9hifPPOGjuilZIQeUkmdNJSKOD3+Tvfau0tltkVxhpA5A==

ORLANDO FUENTES CASTAÑEDA | Fecha:2024-03-02 18:24:15 | Firmante

a4j7sCsurEuATYbV79qIDJ1ezJbVjVfYvTxx8EEIHli//Czicq0NnYgKMI9IzhgMES+u4JOWQTi60LYP2kX/Twl2hGUYB66U+Xl5PyLqzvo0eg1Fz4YLzZt9iHjxAulNY92KHupIOvtovDxNOMHU3qUBqzIqVNHuy0SjCDTsX9u1zCkz3iyqrSw59DBOP9934fCyBccHf1vdErcf3XKikYnHHl4pexAHVf6RgnPjCqfj/JpekASCRZ3zMEgVqn+zGC7qsZWhnD0INNTCpma8eXSPS6xdchlm4MzVKRYJKVTWSXwklqMGrosOBiA6CfQh4z3P50UQvjVS0fng6l7PiQ==

FERNANDA MORALES GUZMAN | Fecha:2024-03-04 09:55:07 | Firmante

CtR1Pk+q+nQzqqY39sIfD/PnLCzqFcuLjy+zn2lJV3pKQSFjG1H28Gbj9ZD8Rk7HWMqsVLC6MmZ1YjUgwoB2IGUwIWeURJLqA9U3cxeNaFxZlur6wWAOC/t72tn7a6MejrwmMA4WeK7AJGYmfSte2xscM2ogRVIPXPKKkQWw2QdEvNQmNkgN5ifQchjir0l+EanfNirgHOuqMT7caRXLHUp1NmT8mFNcSOx0EZPHYVkkWmAYgW7EZzkm5uhfKBLLP/AVOiiMOxwg/STJYpglm7JlGCoBOEoRm1qnU+pwsxo4UrCT3STIOFBpcavCUS9e6Y9CFxMohNwpAjYNgQ==

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



QwBnXisyl

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/347eehaJ4pPlc0rEfmk0zsPMtuWQ1c22>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029