



**BENEMÉRITA UNIVERSIDAD
AUTÓNOMA DE PUEBLA**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
COLEGIO DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**DEGRADACIÓN FOTOCATALÍTICA DE
COLORANTES TEXTILES EMPLEANDO
CATALIZADORES SOPORTADOS EN ZnO**

T E S I S P R O F E S I O N A L

QUE, COMO REQUISITO PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA

PRESENTA:

MARIANA LOZADA GÓMEZ

DIRECTORA DE TESIS:

DRA. ESMERALDA VIDAL ROBLES

CO-ASESOR:

DR. FORTINO BAÑUELOS ROMERO

BUAP

H. PUEBLA DE ZARAGOZA, PUE.
DICIEMBRE, 2018



*“El objetivo de la educación es el avance del
conocimiento y la difusión de la verdad”*

John Fitzgerald Kennedy

Dedico este trabajo a:

La presente Tesis está dedicada a Dios, ya que gracias a él he logrado concluir mi carrera.

María Belém Gómez Domínguez y Jorge Aurelio Lozada García

Mamá, papá: el día de hoy cumplo una meta más gracias a ustedes, ya que siempre me han guiado por un buen camino. Siempre han estado a mi lado brindándome su apoyo y sus consejos, para hacer de mí una mejor persona.

Me han enseñado que la vida puede ser complicada, pero siempre hay que levantarse para seguir adelante por muy difícil que parezca el camino.

Mamá siempre estaré agradecida contigo porque desde que era pequeña me enseñaste a ser dedicada en mis actividades escolares.

Papá muchas gracias por haberme enseñado que, con esfuerzo, trabajo, y constancia, se pueden cumplir muchas metas. Eres mi mejor maestro.

Muchas gracias por todo su apoyo.

Los quiero mucho.

Jorge Lozada Gómez

Hermano: sabes que tú eres mi mejor compañía, mi mejor amigo, contigo he compartido tantos momentos a lo largo de la vida, y ahora quiero agradecerte por todo tu apoyo que me brindaste a lo largo de mi carrera profesional.

Te quiero mucho.

Estela Lozada García

Abuelita: mi deseo siempre fue verte feliz, y poder decirte algún día que ya había concluido mi carrera profesional. Ahora no estás presente físicamente conmigo; pero estoy segura que desde el cielo siempre te acuerdas de mí, y que me has guiado en todo lo que he hecho. Este logro te lo dedico abuelita,

siempre estás en mi mente y en mi corazón.

Te quiero mucho.

AGRADECIMIENTOS

Quiero expresar mi sincero agradecimiento, en primer lugar, a Dios por brindarme salud, fortaleza, y capacidad; quien con su bendición llena siempre mi vida.

Hago extenso este reconocimiento a la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, por haberme abierto las puertas, y poder realizar mis estudios profesionales; así mismo agradezco a cada una de las autoridades y personal que integran esta institución.

Mi profundo agradecimiento a mi directora de tesis, Dra. Esmeralda Vidal Robles, por su dedicación, tiempo, y apoyo; así como por haberme guiado en la elaboración de este trabajo de titulación, y por la confianza puesta en mi para poder desarrollarlo. Mi agradecimiento al Dr. Fortino Bañuelos Romero, por la enseñanza de sus valiosos conocimientos, por su tiempo, por su dedicación, así como por haberme guiado a lo largo de este trabajo de investigación. De igual forma, agradezco totalmente a los miembros del jurado, MA. Ma. Magdalena Thelma De Gante Ceballos y Dr. Edgar Ayala Herrera, por el tiempo, dedicación, y esfuerzo, llevado a cabo en la revisión de este trabajo de estudio.

De igual manera mi agradecimiento a todos los maestros que formaron mi educación superior; así mismo quiero agradecerle a cada uno de mis compañeros y compañeras de clase su amistad, con ellos compartí momentos que guardo en mi corazón. Esta etapa universitaria, fue maravillosa; prácticamente diría que, de toda mi vida escolar, la universidad es la etapa que siempre voy a recordar con más cariño. Me llevo recuerdos que siempre estarán en mi corazón, y personas maravillosas que siempre recordaré.

Deseo expresar mi agradecimiento a los pilares más importantes en mi vida, que son: mi mamá, mi papá, y mi hermano. Mamá gracias por tu apoyo incondicional. Papá gracias por llenarme de motivación todos los días. Hermano gracias por estar siempre apoyándome, por ser mi mejor compañía.

Por último, quiero agradecer de una forma especial, a mi abuelita Estela Lozada García, que siempre me motivo con su ejemplo, ser una mujer

trabajadora; a pesar de que ya no estás presente físicamente conmigo, el día de hoy te dedico este logro en mi vida, que como bien sabes me hubiera encantado poder compartirlo contigo. Ahora ya no estamos juntas, pero sé que desde el cielo estás feliz por ver a tu nieta cumplir uno de sus sueños más anhelados en su vida. Muchas gracias abuelita, siempre estás presente en mi mente, y en mi corazón.

RESUMEN

La efectividad en el tratamiento de las aguas residuales industriales contaminadas se ha convertido en una de las problemáticas más importantes en el mundo que enfrenta una creciente población cada vez mayor y una disminución de los recursos energéticos. Sin embargo, el uso de los procesos convencionales de tratamiento de aguas y aguas residuales se ve cada vez más desafiado con la identificación de más contaminantes, el rápido crecimiento de la población y las actividades industriales, así como la disminución de la disponibilidad de recursos hídricos.

En la industria textil durante el proceso de coloración se involucran grandes cantidades de agua y sustancias químicas tóxicas para la salud, y el medio ambiente; estos efluentes o productos de desecho contienen colorantes.

El colorante naranja de metilo es un compuesto azoico ampliamente utilizado en la industria textil. Produce agentes químicos dañinos ambientales en forma de aguas residuales de color, y se ha confirmado que este contaminante es tóxico, mutagénico, teratogénico, y carcinogénico.

En el presente trabajo de investigación se acondicionó un sistema fotocatalítico para llevar acabo la degradación de la solución de naranja de metilo. Se prepararon, catalizadores por el método de impregnación al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5% Ag/ZnO; así como soluciones de naranja de metilo de 20 ppm, 15 ppm, 10 ppm, y 5 ppm. Posteriormente con los catalizadores por el método de impregnación mencionados anteriormente, y con catalizadores reducidos al 1%, 3%, y 5% Ag/ZnO, se degradó la solución de naranja de metilo de 20 ppm.

Por último, se caracterizaron los catalizadores obtenidos por el método de impregnación, y los catalizadores reducidos, por medio de un estudio de Espectroscopía UV-Vis, y por análisis de Difracción de Rayos X; con lo cual se obtuvo que los catalizadores de Ag soportados en ZnO y reducidos en flujo de N₂ al 1%, 3%, y 5%, presentaron mayor actividad fotocatalítica en el menor tiempo con respecto a los catalizadores de Ag calcinados en flujo de aire al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5%. Cabe mencionar que el catalizador reducido al 3% Ag/ZnO presentó el mejor rendimiento,

debido a que degradó la solución de naranja de metilo en el menor tiempo y con mayor eficacia. Esto debido, a que una molécula formada por un catalizador y un soporte puede llegar a saturarse de cierto compuesto que la haga propensa a disminuir su capacidad de movilidad, refiriéndose en términos de electrones, es por ello que se obtuvo un catalizador con menor porcentaje de concentración, al que se tenía pensado.

ÍNDICE DE CONTENIDO

RESUMEN	vi
LISTA DE FIGURAS.....	x
LISTA DE TABLAS	xiv
SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS	xv
INTRODUCCIÓN.....	1
Planteamiento del Problema.....	1
Justificación.....	2
Objetivos	3
Objetivo General.....	3
Objetivos Específicos	3
Hipótesis.....	3
1. ANTECEDENTES.....	3
1.1 Procesos avanzados de oxidación.....	3
1.2 Fotocatálisis.....	4
1.2.1 Concepto.....	4
1.2.2 Fotocatálisis homogénea.....	5
1.2.3 Fotocatálisis heterogénea.....	6
1.3 Mecanismo de la Fotocatálisis.....	6
1.3.1 Descripción del Mecanismo de Oxidación Fotocatalítico	8
1.3.2 Descripción del Mecanismo de Reducción Fotocatalítico	9
1.4 Parámetros importantes para Fotocatálisis	10
1.5 Ventajas de la Fotocatálisis	10
1.6 Limitaciones de la Fotocatálisis.....	11
1.7 Mecanismo de reacción en semiconductores.....	12
1.8 Colorantes y color	13
1.8.1 Contaminación generada por colorantes de la industria textil.....	17
1.8.2 NORMA Oficial Mexicana NOM-CCA-014-ECOL/1993	18
1.9 Colorante naranja de metilo.....	20

1.10	Colorantes azoicos	21
1.10.1	Cromóforos de los colorantes azoicos	22
1.11	Contaminantes emergentes.....	23
1.12	Estudios similares a esta investigación	23
2.	METODOLOGÍA	27
2.1	Plan general de trabajo	27
2.2	Materiales.....	28
2.2.1	Reactivos	28
2.2.2	Equipo.....	28
2.3	Espectroscopía UV-Vis	31
2.3.1	Técnica por Espectroscopía UV-Vis	31
2.3.2	Compuestos orgánicos	32
2.3.3	Ley de Beer-Lambert	33
2.4	Difracción de Rayos X	35
2.4.1	Técnica por Difracción de Rayos X	35
2.4.2	Información que genera el análisis por Difracción de Rayos X.....	36
2.4.3	Descomposición térmica de una fase cristalina	36
2.5	Diseño experimental	36
2.5.1	Preparación de catalizadores por el método de impregnación	36
2.5.2	Preparación de las soluciones.....	38
2.5.3	Acondicionamiento del sistema fotocatalítico.....	43
3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	50
3.1	Espectroscopía UV-Vis	50
3.2	Difracción de Rayos X.....	60
	CONCLUSIONES	69
	REFERENCIAS	71

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Proceso de Fotocatálisis Homogénea.....	5
Figura 2. Proceso de Fotocatálisis Heterogénea.....	6
Figura 3. Mecanismo Fotocatalítico Semiconductor.....	7
Figura 4. Mecanismo de Oxidación Fotocatalítico.....	9
Figura 5. Mecanismo de Reducción Fotocatalítico.....	10
Figura 6. Band Gaps y potenciales redox, utilizando el electrodo normal de hidrógeno (NHE) como referencia para varios semiconductores.....	12
Figura 7. Región del espectro visible.....	14
Figura 8. Estructura molecular del naranja de metilo.....	21
Figura 9. Esquema general de trabajo.....	31
Figura 10. Rangos UV cercano, e IR cercano; del espectro electromagnético.....	32
Figura 11. Ejemplos de cromóforos.....	33
Figura 12. Transiciones electrónicas entre orbitales σ , π , y η	34
Figura 13. Soluciones de los catalizadores preparados por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO, y 2% Ag/ZnO; respectivamente, sobre la parrilla de agitación y calentamiento.....	37
Figura 14. Solución completamente seca del catalizador preparado por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO.....	38
Figura 15. Catalizador preparado por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO, dentro de un tubo, listo para calcinar en el reactor de borosilicato.....	38
Figura 16. Solución de naranja de metilo de 20 ppm.....	40
Figura 17. Solución de naranja de metilo de 20 ppm, 15 ppm, 10 ppm, y 5 ppm;...	41
Figura 18. Frascos con muestras de la solución de 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, y 20 ppm; respectivamente.....	43
Figura 19. Sistema Fotocatalítico.....	44
Figura 20. Degradación Fotocatalítica.....	46
Figura 21. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador preparado por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO.....	46

Figura 22. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador preparado por el método de impregnación al 2% Ag/ZnO.	47
Figura 23. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador preparado por el método de impregnación al 3% Ag/ZnO.	47
Figura 24. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador preparado por el método de impregnación al 4% Ag/ZnO.	48
Figura 25. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador preparado por el método de impregnación al 5% Ag/ZnO.	48
Figura 26. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador reducido al 1% Ag/ZnO.	49
Figura 27. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador reducido al 3% Ag/ZnO.	49
Figura 28. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador reducido al 5% Ag/ZnO.	49
Figura 29. Preparación de catalizador para ingresarlo al equipo de Difracción de Rayos X.....	50
Figura 30. Equipo de Espectroscopía	51
Figura 31. Equipo de Espectroscopía UV-Vis.	51
Figura 32. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de las soluciones de 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm.	52
Figura 33. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 1% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min.....	53
Figura 34. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 2% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min.....	54
Figura 35. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 3% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min.....	55

Figura 36. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 4% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min.....	56
Figura 37. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 5% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min.....	57
Figura 38. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador reducido (R) al 1% Ag/ZnO, a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 150 min.....	58
Figura 39. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador reducido (R) al 3% Ag/ZnO, a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 150 min.....	59
Figura 40. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador reducido (R) al 5% Ag/ZnO, a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 150 min.....	60
Figura 41. Equipo por Difracción de Rayos X.....	61
Figura 42. Placa para colocar muestra del catalizador en el equipo por Difracción de Rayos X.....	61
Figura 43. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO.....	62
Figura 44. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 2% Ag/ZnO.....	63
Figura 45. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 3% Ag/ZnO.....	64
Figura 46. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 4% Ag/ZnO.....	65
Figura 47. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 5% Ag/ZnO.....	66
Figura 48. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador reducido al 1% Ag/ZnO.....	67

Figura 49. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador reducido al 3% Ag/ZnO.
.....68

Figura 50. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador reducido al 5% Ag/ZnO.
.....69

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Relación entre la luz absorbida y el color observado.	15
Tabla 2. $\lambda_{\text{máx}}$ (nm) absorbida en el espectro UV-Visible por polienos conjugados..	16
Tabla 3. Concentraciones de color y cantidad de agua generada por algunas industrias, año 2005.....	17
Tabla 4. Límites máximos permisibles de parámetros, con respecto al promedio diario instantáneo.	20
Tabla 5. Cromóforos azo.....	22
Tabla 6. Tipos de transiciones electrónicas de cromóforos.	35

SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

A	Absorbancia
Ag	Plata
Ag/ZnO	Catalizador de plata soportado en óxido de zinc
AgNO₃	Nitrato de plata
BUAP	Benemérita Universidad Autónoma de Puebla
C	Concentración
C₁₄H₁₄N₃NaO₃S	Naranja de metilo
CB	Conduction band (Banda de conducción)
CeO₂	Dióxido cérico
Cr (VI)	Cromo hexavalente
Cu₂O	Monóxido de dicobre
DBO	Demanda bioquímica de oxígeno
DQO	Demanda química de oxígeno
DRX	Difracción de rayos X
e⁻	Electrón
ESCA	Electron spectroscopy for chemical analysis (Espectroscopía electrónica para análisis químico)
eV	Electronvoltio
FIQ	Facultad de Ingeniería Química
g	Gramo
g/mol	Gramo por mol
h⁺	Hueco
H₂O₂	Peróxido de hidrógeno
IR	Infrarrojo
kJ/mol	Kilojulio por mol
L	Litro
M	Molaridad
mg	Miligramo

mg/cm²	Miligramo por centímetro cuadrado
mg/L	Miligramo por litro
MI	Método de impregnación
min	Minuto
ml	Mililitro
ml/min	Mililitro por minuto
n	Número de moles del soluto
N₂	Nitrógeno molecular
nm	Nanómetros
O₂⁻	Anión superóxido
OH[•]	Radical hidroxilo
PAOs	Procesos avanzados de oxidación
pH	Potencial de hidrógeno
PM	Peso molecular
ppm	Partes por millón
R	Reducido
SrTiO₃	Titanato de estroncio
TiO₂	Dióxido de titanio
TiO₂/Ti	Dióxido de titanio soportado en titanio
UV	Ultravioleta
UV-Vis	Ultravioleta-Visible
V	Litros de la solución
VB	Valence band (Banda de valencia)
ZnO	Óxido de zinc
λ	Longitud de onda
λ_{máx}	Longitud de onda máxima
μm	Micra

INTRODUCCIÓN

Planteamiento del Problema

El tratamiento eficiente de las aguas residuales industriales contaminadas se ha convertido en una de las problemáticas más importantes en el mundo que enfrenta una creciente población cada vez mayor y una disminución de los recursos energéticos. Sin embargo, el uso de los procesos convencionales de tratamiento de aguas y aguas residuales se ve cada vez más desafiado con la identificación de más y más contaminantes, el rápido crecimiento de la población y las actividades industriales, así como la disminución de la disponibilidad de recursos hídricos.

En la industria textil durante el proceso de coloración se involucran grandes cantidades de agua y sustancias químicas tóxicas para la salud, y el medio ambiente.

Estos efluentes o productos de desecho contienen colorantes, así como grandes cantidades de metales pesados, agentes blanqueadores y ácidos, que son extremadamente tóxicos para los seres vivos.

El colorante naranja de metilo es un compuesto azoico ampliamente utilizado en la industria textil. Produce agentes químicos dañinos ambientales en forma de aguas residuales de color, y se ha confirmado que este contaminante es tóxico, mutagénico, teratogénico (que causa malformaciones), y carcinogénico (MING, y otros, 2009).

Convencionalmente, los colorantes azoicos se tratan mediante diversas técnicas químicas y físicas, como reacción química, electrocoagulación, ósmosis inversa, adsorción, entre otros. Sin embargo, la adsorción, la ósmosis inversa y la coagulación solo transfieren los colorantes de una fase a otra, lo que deja una posible fuente secundaria de contaminación (MING, y otros, 2009).

El proceso de coloración es uno de los mayores contribuyentes al efluente textil, y el agua residual de color tiene un impacto muy destructivo en el medio

ambiente. La industria textil generalmente descarga grandes volúmenes de aguas residuales, que tienen pH alto, alcalinidad, temperatura, alto contenido de materia orgánica, materia no biodegradable, sustancias tóxicas, detergentes, aceites, sulfuros, sólidos en suspensión/disueltos, y una fuerte coloración. Por lo tanto, las aguas residuales textiles deben decolorarse antes de ser descargadas al medio ambiente (DAFNOPATIDOU & LAZARIDIS, 2008).

Los compuestos químicos generan un gran daño en la flora, fauna; y en ecosistemas acuáticos (ESCOLANO, 2011).

El tratamiento fotocatalítico hacia las aguas de desechos que contienen colorantes ha sido ampliamente documentado (MING, y otros, 2009).

En los últimos años, el proceso fotocatalítico de semiconductores ha demostrado un gran potencial como tecnología de tratamiento sostenible, respetuosa con el medio ambiente y de bajo costo para el esquema de desechos “cero” en la industria del agua/aguas residuales (LIAO, y otros, 2011).

Justificación

A causa de la gran estabilidad de los colorantes (azo-compuestos), los procesos convencionales para el tratamiento de aguas residuales tales como adsorción, floculación y procesos de lodos activados no son eficientes para el tratamiento de tales efluentes, ya que no pueden remover eficientemente los compuestos orgánicos o generan contaminantes secundarios que pueden ser tóxicos para el medio ambiente y que requieren de un tratamiento adicional. Una alternativa al tratamiento convencional de las aguas residuales es la oxidación fotocatalítica, la cual, ha despertado un gran interés debido a que las investigaciones han mostrado la degradación de contaminantes orgánicos a bajas y medianas concentraciones con una generación baja en contaminantes secundarios.

Objetivos

Objetivo General

Degradar el colorante naranja de metilo utilizando catalizadores de Ag soportados en ZnO.

Objetivos Específicos

1. Acondicionar el sistema fotocatalítico.
2. Preparar los catalizadores por el método de impregnación.
3. Caracterizar los catalizadores por Espectroscopía UV-Vis y Difracción de Rayos X (DRX).

Hipótesis

1. Los catalizadores de Ag soportados en ZnO y reducidos en flujo de N₂ presentarán mayores actividades fotocatalíticas con respecto a los catalizadores de Ag calcinados en flujo de aire.

1. ANTECEDENTES

1.1 Procesos avanzados de oxidación

Los procesos avanzados de oxidación (PAOs) se encuentran incluidos dentro de los procesos de oxidación química más efectivos para el tratamiento de agua. Estas tecnologías están basadas en procesos físico-químicos capaces de producir cambios profundos en la estructura química de los contaminantes. El concepto de los PAOs fue establecido inicialmente por Glaze y colaboradores, quienes los definieron como procesos que involucran la generación de especies oxidantes altamente reactivas capaces de atacar y degradar sustancias orgánicas. Se ha sugerido que su alta eficiencia es debida a su viabilidad

termodinámica y a una velocidad de reacción incrementada por la participación de radicales libres (BANDALA, CORONA VÁSQUEZ, GUIJAR, & USSANGA, 2007).

Entre los diferentes PAOs, las tecnologías basadas en los radicales hidroxilos (OH^\bullet) son de interés particular debido a que esta es una especie con alto potencial de oxidación. En particular, dos de estos PAOs han demostrado recientemente su habilidad en la desactivación de microorganismos: la fotocatalisis heterogénea y homogénea (DAFNOPATIDOU & LAZARIDIS, 2008).

1.2 Fotocatálisis

1.2.1 Concepto

Proceso que ocurre, cuando una fuente de luz interactúa con la superficie de materiales semiconductores, llamados fotocatalizadores. Durante este proceso, deben producirse al menos dos reacciones simultáneas, la oxidación a partir de huecos fotogenerados, y la reducción a partir de electrones fotogenerados. El fotocatalizador en sí no debe sufrir cambios y, por lo tanto, debe llevarse a cabo una sincronización precisa de los dos procesos. Por otra parte, es considerada como la combinación entre la fotoquímica y la catálisis. Se deriva del idioma griego, y se compone de dos partes:

- El prefijo foto significa luz.
- Catálisis es el proceso por el cual se modifica la velocidad de una reacción química, debido a la participación de una sustancia llamada catalizador.

Por lo tanto, se define como la “aceleración impulsada por la catálisis de una reacción inducida por la luz, o bien la aceleración de una fotorreacción producida por un catalizador” (R. & A., 2017). Siendo un proceso donde la luz y los catalizadores son utilizados para apoyar o acelerar una reacción química.

La fotocatálisis se puede utilizar con éxito en un entorno real para degradar contaminantes, y mejorar la calidad del aire atmosférico (PAPADAKI, 2017).

1.2.2 Fotocatálisis homogénea

Proceso fotocatalítico, en el cual el catalizador está disuelto en agua durante el proceso de óxido-reducción. Como ocurre en la fotocatálisis heterogénea, los procesos homogéneos están basados en la generación de radicales hidroxilos, sin embargo, a diferencia de aquellos, se ha propuesto que algunas otras especies altamente oxidantes pueden ser también responsables de la remoción de los contaminantes (fig. 1). El proceso Fenton $\text{Fe(II)} + \text{H}_2\text{O}_2$, y el proceso Fenton promovido por energía lumínica foto-Fenton $\text{Fe(II)} + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{radiación}$, son las metodologías de fotocatálisis homogénea más estudiadas en la actualidad. En este tipo de fotocatálisis los reactivos y los fotocatalizadores se encuentran en la misma fase (BANDALA, CORONA VÁSQUEZ, GUI SAR, & USSANGA, 2007).

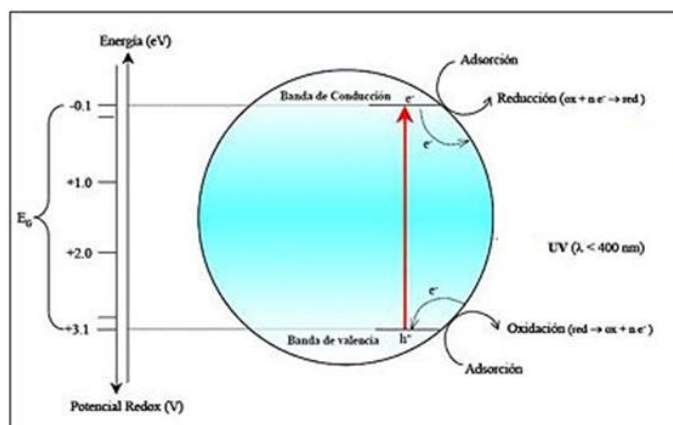


Figura 1. Proceso de Fotocatálisis Homogénea.

Fuente: Bandala, Corona Vásquez, Guisar, & Ussanga (2007).

1.2.3 Fotocatálisis heterogénea

Una de las tecnologías más relevantes para la eliminación de contaminantes tóxicos presentes en aguas residuales es la fotocatálisis heterogénea, la cual ha despertado gran interés en los investigadores desde finales de la década de los '60. Esta técnica consiste en la absorción directa o indirecta por un sólido semiconductor de fotones de luz, visible o UV. Este proceso avanzado de oxidación está definido como la aceleración de una fotorreacción mediante la presencia de un catalizador, y al ser activado por la absorción de la luz, acelera el proceso e interacciona con la sustancia contaminante a través de un estado excitado o bien mediante la aparición de pares de electrón-hueco. Los electrones excitados son transferidos hacia la especie reducible a medida que el catalizador acepta electrones de la especie oxidable que ocupan los huecos (e^- / h^+); de esta manera, el flujo neto de los electrones es nulo, por lo tanto, el catalizador permanece inalterado (fig. 2), y genera reacciones de óxido-reducción que provocan la degradación y la mineralización de la sustancia tratada. En este tipo de fotocatálisis, el catalizador se encuentra en una fase diferente a la de los reactivos (GUARÍN LLANES & MERA BENAVIDES, 2011).

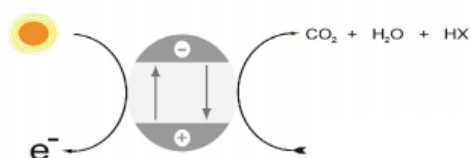


Figura 2. Proceso de Fotocatálisis Heterogénea.

Fuente: Guarín Llanes & Mera Benavides (2011).

1.3 Mecanismo de la Fotocatálisis

La reacción fotocatalítica depende principalmente de la longitud de onda de la energía de la luz (fotón) y el catalizador. En general, los materiales

semiconductores se utilizan como catalizadores que actúan como sensibilizadores para la irradiación del proceso redox estimulado por la luz, debido a su estructura electrónica que se caracteriza por una banda de valencia y una banda de conducción. La fig. 3 muestra la representación esquemática del mecanismo fotocatalítico semiconductor (R. & A., 2017).

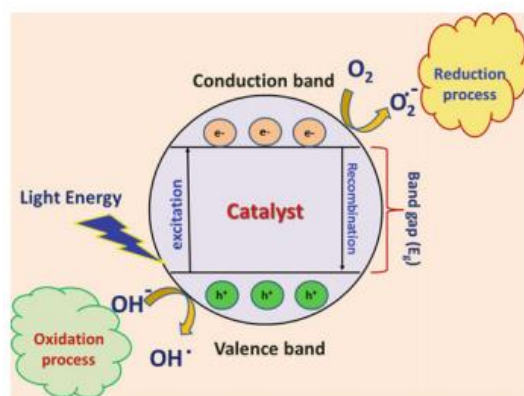


Figura 3. Mecanismo Fotocatalítico Semiconductor.

Fuente: R. & A. (2017).

El proceso de la fotocatalisis en semiconductores son los siguientes:

- Cuando la energía de la luz en términos de fotones cae sobre la superficie de un semiconductor y si la energía del rayo incidente es equivalente o mayor que la energía de Band Gap del semiconductor, los electrones de la banda de valencia ganan energía y se mueven hacia la banda de conducción del semiconductor.
- Los huecos quedan en la banda de valencia del semiconductor. Estos agujeros en la banda de valencia pueden oxidar moléculas donantes y reaccionar con moléculas de agua para generar radicales hidroxilos; cabe mencionar que los radicales hidroxilos tienen un fuerte poder oxidante responsable de la degradación de contaminantes.

- Los electrones de la banda de conducción reaccionan con especies de oxígeno disuelto para formar iones superóxido. Estos electrones inducen las reacciones redox.
- Estos huecos y electrones pueden sufrir sucesivas reacciones de oxidación y reducción con cualquier especie, que pueden ser adsorbidas en la superficie del semiconductor para proporcionar los productos necesarios.

El mecanismo del proceso fotocatalítico es complejo y altamente dependiente de una serie de parámetros experimentales (pH, distribución del tamaño del catalizador, etc.), esta tecnología está basada en la generación de un par electrón-hueco (e^-_{CB} / h^+_{VB}) que migran a la superficie del semiconductor y participan en las reacciones de transferencia de carga, que en presencia de oxígeno generan radicales hidroxilos (OH^\bullet), los cuales son una especie altamente oxidante que reaccionan con el contaminante (R. & A., 2017).

1.3.1 Descripción del Mecanismo de Oxidación Fotocatalítico

La superficie del fotocatalizador contiene agua, que se conoce como “agua absorbida”. Esta agua se oxida por huecos positivos creados en la banda de valencia debido a que los electrones cambian a la banda de conducción como resultado de la irradiación de la luz, lo que hace camino para la formación de radicales hidroxilos (OH^\bullet), los cuales son agentes que tienen fuerte poder de descomposición oxidativa.

Después, estos radicales hidroxilos reaccionan con materia orgánica presente en los colorantes.

Si hay oxígeno presente cuando ocurre este proceso, los radicales intermedios en los compuestos orgánicos, junto con las moléculas de oxígeno pueden experimentar reacciones en cadena radicales y consumir oxígeno en algunos casos. Siendo de esta forma, la materia orgánica finalmente se descompone y se convierte en dióxido de carbono y agua. Bajo tales circunstancias, los compuestos orgánicos pueden reaccionar directamente con

los huecos positivos, lo que resulta en la descomposición oxidativa. Los procesos completos de oxidación se muestran en la fig. 4 (R. & A., 2017).

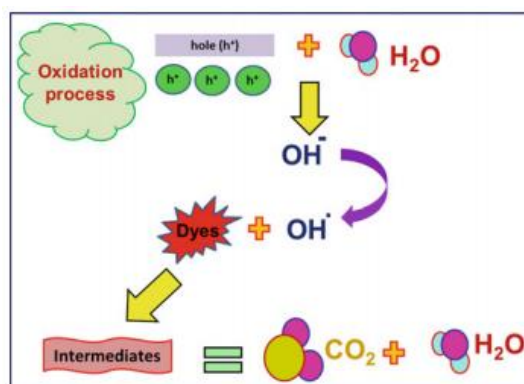


Figura 4. Mecanismo de Oxidación Fotocatalítico.

Fuente: R. & A. (2017).

1.3.2 Descripción del Mecanismo de Reducción Fotocatalítico

La fig. 5 muestra el proceso de reducción del oxígeno atmosférico debido a que es una sustancia fácilmente reducible, dando lugar a la generación de hidrógeno. Los electrones de la banda de conducción reaccionan con especies de oxígeno disuelto para formar aniones superóxido. Estos aniones superóxido se adhieren a los productos intermedios en la reacción oxidativa, formando peróxido o cambiando a peróxido de hidrógeno y luego a agua.

Es probable que la reducción ocurra más fácilmente en la materia orgánica que en el agua. Por lo tanto, la mayor concentración de materia orgánica tiende a aumentar el número de huecos positivos. Esto reduce la recombinación del portador y mejora la actividad fotocatalítica (R. & A., 2017).

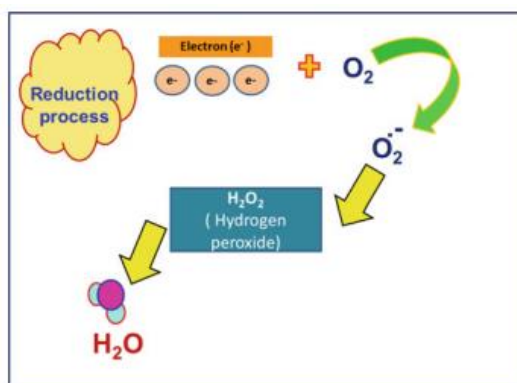


Figura 5. Mecanismo de Reducción Fotocatalítico.

Fuente: R. & A. (2017).

1.4 Parámetros importantes para Fotocatálisis

La tasa de fotomineralización de un compuesto orgánico por el método de fotocatalisis depende principalmente de los siguientes parámetros:

- Estructura.
- Forma.
- Tamaño, superficie, y área del catalizador.
- Temperatura de reacción.
- pH.
- Intensidad de la luz.
- Cantidad de catalizador.
- Concentración de aguas residuales (R. & A., 2017).

1.5 Ventajas de la Fotocatálisis

Las ventajas de esta tecnología fotocatalítica son las siguientes:

- La fotocatalisis tiene la capacidad de usar materiales renovables y libres de contaminación en energía solar, ofreciendo un buen reemplazo para el uso intensivo de energía convencional en métodos de tratamiento, como lo son: adsorción en carbón activado, ultrafiltración, ósmosis inversa, coagulación por agentes químicos, e intercambio de iones en resinas sintéticas de adsorbentes.
- La fotocatalisis conduce a la formación de productos inocuos, a diferencia de las medidas convencionales de tratamiento que transfieren contaminantes de una fase a otra.
- El proceso fotocatalítico puede usarse en la destrucción de una variedad de compuestos peligrosos en diferentes tipos de aguas residuales.
- Las condiciones de reacción para la fotocatalisis son considerables, el tiempo de reacción que se requiere en una entrada de producto químico a comparación de otros métodos es razonable.
- Mínimo de formación secundaria de desechos.
- Se puede aplicar a la generación de hidrógeno, a tratamientos de fase gaseosa, acuosa, sólida (suelo) hasta cierto punto (R. & A., 2017).

1.6 Limitaciones de la Fotocatalisis

La actividad fotocatalítica depende de los siguientes inconvenientes:

- Transferencia de carga interfacial.
- Mejorar la separación de carga.
- Inhibición de la recombinación de portadores de carga.

Estos son esenciales para mejorar la eficiencia del proceso fotocatalítico (R. & A., 2017).

1.7 Mecanismo de reacción en semiconductores.

Durante los últimos años, las investigaciones se han centrado en las reacciones que tienen lugar en la superficie de semiconductores, óxidos metálicos, sulfuros y seleniuros (fig. 6), los cuales presentan una pequeña energía de banda prohibida de 1.1-3.8 eV entre sus bandas de valencia y conducción. Dentro de los materiales fotocatalíticos más eficientes encontrados en la literatura son óxidos metálicos tales como TiO_2 , ZnO , y CeO_2 ; porque los sulfuros metálicos y los seleniuros metálicos no son estables, son corrosivos y también tóxicos.

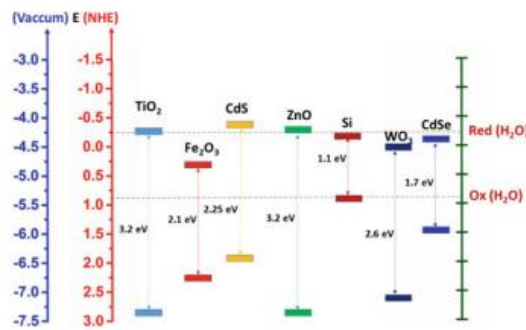
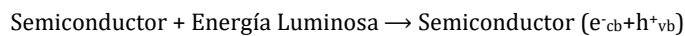


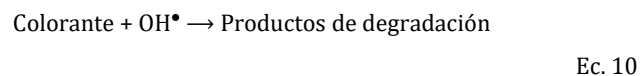
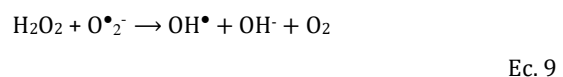
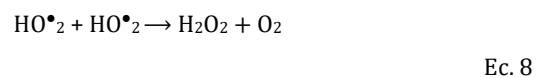
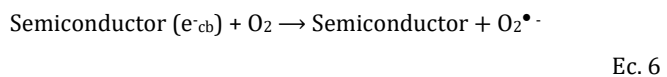
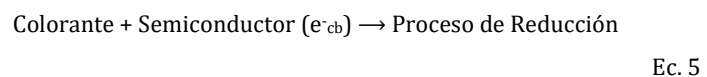
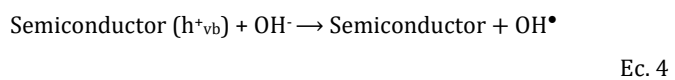
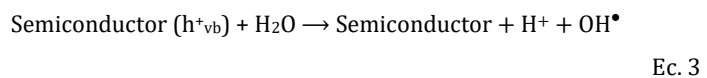
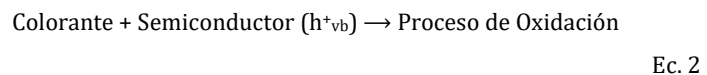
Figura 6. Band Gaps y potenciales redox, utilizando el electrodo normal de hidrógeno (NHE) como referencia para varios semiconductores.

Fuente: R. & A. (2017).

En general, el mecanismo de reacción fotocatalítica de los semiconductores es explicado por las ecuaciones 1,2,3,4,5,6,7,8,9, y 10 (R. & A., 2017).



Ec. 1



1.8 Colorantes y color

Un colorante es un compuesto orgánico que al aplicarlo a un sustrato (generalmente una fibra textil pero también a cuero, papel, plástico o alimento) le

confiere un color más o menos permanente. Se aplica en disolución o emulsión y el sustrato debe tener cierta afinidad para absorberlo. En general son solubles en el medio en el que se aplican o en el producto final. La producción mundial de colorantes es del orden de 90 millones de kg al año.

Un pigmento, por el contrario, es una sustancia coloreada e insoluble que se dispersa en un medio adecuado para su uso. Se emplean principalmente para colorear plásticos, para pinturas, y tintas de imprenta.

Las sustancias coloreadas (fig. 7) son las que absorben luz en la región visible del espectro (380 a 750 nm). Una sustancia presenta el color complementario del que absorbe ya que este se resta de la luz reflejada o transmitida. Las sustancias que no absorben luz visible son blancas o incoloras, y las que absorben todas las longitudes de onda son negras. Si la banda de absorción es aguda el color es brillante, mientras que una banda ancha y difusa da lugar a un color opaco (SANZ TEJEDOR, 2017).

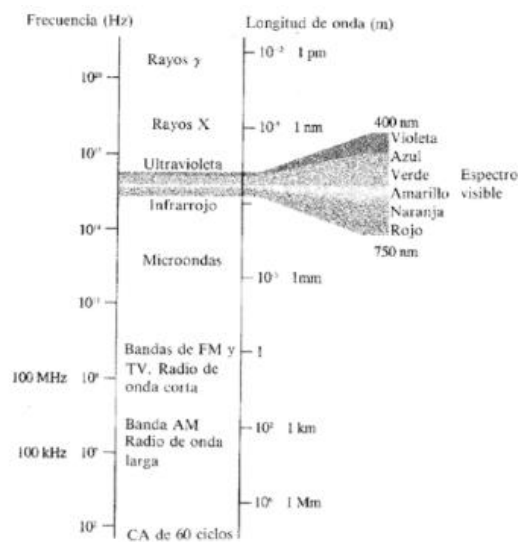


Figura 7. Región del espectro visible.

Fuente: Sanz Tejedor (2017).

En la tabla 1 se muestra la relación entre la luz absorbida y el color observado.

Tabla 1. Relación entre la luz absorbida y el color observado.

λ de la luz absorbida (nm)	Zona del espectro visible	Color observado
400-430	Violeta, añil	Amarillo
430-470	Azul	Naranja
470-500	Azul, verde	Rojo
500-520	Verde	Púrpura
520-540	Verde, amarillo	Violeta
540-590	Amarillo	Añil
590-610	Naranja	Azul
610-700	Rojo	Verde

Fuente: Sanz Tejedor (2017).

La absorción de radiación, se debe a que los electrones de las moléculas pasan a un estado electrónico superior por la acción de un "quanto" de radiación.

En moléculas con varios dobles enlaces conjugados las diferencias entre niveles de energía se acortan, y la energía correspondiente a la luz visible es suficiente para promover transiciones electrónicas permitidas entre orbitales. El benceno que se encuentra dentro de la molécula del compuesto de naranja de metilo $\pi \rightarrow \pi^*$ benceno: $\lambda=256$ nm, 469 kJ/mol. En la tabla 2 se puede observar, que cuanto mayor es el número de dobles enlaces conjugados, mayor es la longitud de onda de la luz absorbida, y mayor la intensidad de la banda de absorción (SANZ TEJEDOR, 2017).

Tabla 2. $\lambda_{\text{máx}}$ (nm) absorbida en el espectro UV-Visible por polienos conjugados.

Polieno conjugado	$\lambda_{\text{máx}}$ (nm)	Zona del espectro	Color observado
Butadieno	215	UV	Incoloro
1,3,5-hexatrieno	260	UV	Incoloro
1,3,5,7-octatetraeno	290	UV	Incoloro
Ph-(CH=CH) ₄ -Ph	410	Visible	Amarillo verdoso
Ph-(CH=CH) ₅ -Ph	424	Visible	anaranjado
Ph-(CH=CH) ₆ -Ph	445	Visible	Café anaranj.
Ph-(CH=CH) ₇ -Ph	465	Visible	Bronce cobrizo
Ph-(CH=CH) ₁₀ -Ph	500	Visible	Rojo
Ph-(CH=CH) ₁₅ -Ph	580	Visible	Azul

Fuente: Sanz Tejedor (2017).

El color de las sustancias depende del número de dobles enlaces conjugados. A medida que aumenta la extensión del sistema conjugado el tono de color se desplaza a verdes, azules y negros. El color aparece siempre como consecuencia de la acción conjunta de dos agrupaciones atómicas diferentes: el cromóforo y el auxocromo. El grupo cromóforo (del griego portador de color) es un grupo funcional tal como -C=C-, -N=N- (grupo azo) y anillos aromáticos con bastantes electrones en orbitales n y/o π que dan origen al color que observamos. El cromóforo es por si solo el responsable del color. Los sistemas cromóforos más importantes son:

- Cromóforos etilénicos: Ar-(CH=CH)_n-Ar; (n≥4).
- Cromóforos azo: -R-N=N-R.
- Cromóforos aromáticos:
 - Derivados del trifenilmetano: [Ar₃CH].
 - Derivados de la antraquinona.
 - Ftalocianinas.
 - Derivados heteroaromáticos.

Las moléculas que tienen un grupo cromóforo pueden actuar como colorantes. Los dos tipos de colorantes industriales más importantes son los azoicos y los antraquinónicos, aunque hay otros como los colorantes indólicos,

de los cuales el más representativo es el índigo, de color azul, los colorantes de ftalocianina, como la ftalocianina de cobre de color turquesa muy resistente a la luz, y los derivados de triarilmetano. El principal representante de esta serie es el verde de malaquita (SANZ TEJEDOR, 2017).

1.8.1 Contaminación generada por colorantes de la industria textil

Más de diez mil tipos de pigmentos y colorantes sintéticos son usados en diferentes industrias como la textil, siendo esta la principal fuente emisora de colorantes. En la tabla 3, se observa cómo muchas actividades industriales liberan grandes cantidades de efluentes al ambiente, contaminados con colorantes, datos año 2005.

Tabla 3. Concentraciones de color y cantidad de agua generada por algunas industrias, año 2005.

INDUSTRIA	CANTIDAD DE AGUA GENERADA (M ³ /TON)	CONCENTRACIÓN DE COLOR (UNIDADES HAZEN)
Azucarera	0.4 m ³ /Ton caña triturada	150-200
Cervecería	0.25 m ³ /Ton cerveza producida	200-300
Destilería	12 m ³ /Ton de alcohol producido	200-300
Curtido	28 m ³ /Ton de piel	400-500
Pulpa y papel	175 m ³ /Ton de papel	100-600
Textil	120 m ³ /Ton de fibra	1100-1300

Fuente: Anjaneyulu, Sreedhara Chary, & Suman Raj (2005).

Los efluentes de la industria textil se caracterizan por fluctuaciones extremas en parámetros, tales como: la demanda química de oxígeno (DQO), la demanda bioquímica de oxígeno (DBO), pH, color, y salinidad. Algunos de los parámetros característicos de estos efluentes son los siguientes:

- Color visible (1100-4500 unidades).
- Demanda química de oxígeno (800-1600 mg/L).
- pH alcalino (9-11).
- Sólidos totales (6000-7000 mg/L).

La composición del agua residual de una industria textil dependerá de las sustancias químicas que se usen durante el proceso. Los efluentes de la industria textil contienen una gran variedad de contaminantes provenientes de los diferentes procesos involucrados en la fabricación de fibras (ANJANEYULU, SREEDHARA CHARY, & SUMAN RAJ, 2005).

1.8.2 NORMA Oficial Mexicana NOM-CCA-014-ECOL/1993

Norma Oficial Mexicana NOM-CCA-014-ECOL/1993, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a cuerpos receptores provenientes de la industria textil.

SERGIO REYES LUJAN, Presidente del Instituto Nacional de Ecología, con fundamento en los artículos 32 fracciones XXIV, XXV y XXIX de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 5o. fracciones VIII y XV; 8o. fracciones II y VII, 36, 37, 117, 118 fracción II, 119 fracción I inciso a), 123, 171 y 173 de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente; 38 fracción II, 40 fracción X, 41, 43, 46, 47, 52, 62, 63 y 64 de la Ley Federal Sobre Metrología y Normalización; 85, 86 fracciones I, III y VII, 92 fracciones II y IV y 119 fracción I de la Ley de Aguas Nacionales; Primero y Segundo del Acuerdo mediante el cual se delega en el Subsecretario de Vivienda y Bienes Inmuebles y en el Presidente del Instituto Nacional de Ecología, la facultad de expedir las normas oficiales mexicanas en materia de vivienda y ecología, respectivamente, y considerando. Que las descargas de aguas residuales en las redes colectoras, ríos, cuencas, cauces, vasos, aguas marinas y demás depósitos o corrientes de agua y los derrames de aguas residuales en los suelos o su infiltración en los terrenos, provenientes de la industria textil, provocan efectos adversos en los ecosistemas, por lo que es necesario fijar los límites máximos permisibles que deberán satisfacer dichas descargas.

Que habiéndose cumplido el procedimiento establecido en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización para la elaboración de proyectos de normas oficiales mexicanas, el C. Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización para la Protección Ambiental ordenó la publicación del proyecto

de norma oficial mexicana NOM-PA-CCA-014/93, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a cuerpos receptores provenientes de la industria textil, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 28 de junio de 1993 con el objeto de que los interesados presentaran sus comentarios al citado Comité Consultivo.

Que la Comisión Nacional de Normalización determinó en sesión de fecha 1o. de julio de 1993, la sustitución de la clave NOM-PA-CCA-014/93, con que fue publicado el proyecto de la presente norma oficial mexicana, por la clave NOM-CCA-014-ECOL/1993, que en lo subsecuente la identificará.

Que mediante oficio de fecha 13 de octubre de 1993, la Secretaría de Agricultura y Recursos Hidráulicos, a través de la Comisión Nacional del Agua, expresó su conformidad con el contenido y expedición de la presente norma oficial mexicana.

OBJETO

Esta norma oficial mexicana establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a cuerpos receptores provenientes de la industria textil.

CAMPO DE APLICACION

La presente norma oficial mexicana es de observancia obligatoria para los responsables de las descargas de aguas residuales a cuerpos receptores provenientes de los procesos de la industria textil.

ESPECIFICACIONES

Las descargas de aguas residuales provenientes de la industria textil deben cumplir con las especificaciones que se indican en la tabla 4.

Tabla 4. Límites máximos permisibles de parámetros, con respecto al promedio diario instantáneo.

Parámetros	Promedio diario instantáneo
pH (unidades de pH)	6-9
Demanda bioquímica de oxígeno (mg/L)	100-120
Demanda química de oxígeno (mg/L)	200-240
Sólidos sedimentables (mg/L)	1.0-1.2
Grasas y aceites	20-30
Sólidos suspendidos totales (ml/L)	100-120
Cromo total (mg/L)	1.0-1.2
Sulfuros (mg/L)	0.2-0.4
Fenoles (mg/L)	0.1-0.2

Fuente: SEGOB (1993).

Para fines de la presente norma se entenderá por límite máximo permisible promedio diario, los valores, rangos y concentraciones de los parámetros que debe cumplir el responsable de la descarga, en función del análisis de muestras compuestas de las aguas residuales provenientes de esta industria (SEGOB, 1993).

1.9 Colorante naranja de metilo

Es un compuesto azoico, ampliamente utilizado en la industria textil, produce contaminantes ambientales en forma de aguas residuales de color; es:

- Tóxico.
- Mutagénico.

- Teratogénico.
- Carcinogénico (MING, y otros, 2009).

Su estructura molecular es la siguiente (fig. 8):

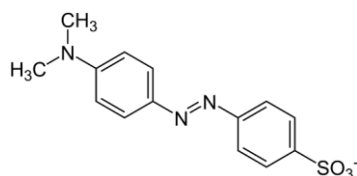


Figura 8. Estructura molecular del naranja de metilo.

Fuente: Ming, y otros (2009).

Es un indicador de pH con cambio de color de rojo a naranja-amarillo entre pH 3.1 y 4.4. El nombre del compuesto químico es sal sódica de ácido sulfónico de 4-Dimetilaminoazobenceno. Su fórmula molecular es $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$, y su peso molecular es de 327.34 g/mol (PETRELLA, y otros, 2013).

1.10 Colorantes azoicos

Son los más consumidos, y se caracterizan por la presencia de un grupo azo (-N=N-) en la molécula que une, al menos, dos anillos aromáticos. El grupo azo tiene 6 electrones "móviles" que a su vez están deslocalizados con los anillos aromáticos adyacentes. Todos los compuestos azoicos son coloreados, pero no todos son útiles como colorantes (SANZ TEJEDOR, 2017).

Convencionalmente, los colorantes azoicos se tratan mediante técnicas químicas y físicas, dentro de estas se encuentran:

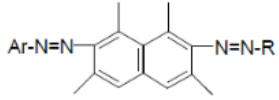
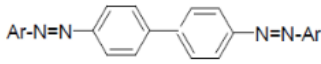
- Reacción química.
- Electrocoagulación.
- Ósmosis inversa.
- Adsorción, entre otros.

Sin embargo, la coagulación, la ósmosis inversa, y la adsorción; solo transfieren los colorantes de una fase a otra, lo que deja una posible fuente secundaria de contaminación (MING, y otros, 2009).

1.10.1 Cromóforos de los colorantes azoicos

El grupo cromóforo, la extensión del sistema conjugado, y los grupos auxocrómicos determinan el color. Los cromóforos azo de mayor importancia comercial se muestran en la tabla 5, donde se observa cómo un aumento en el número de grupos azo desplaza el color a tonos oscuros, verdes, azules y negros (SANZ TEJEDOR, 2017).

Tabla 5. Cromóforos azo.

Grupos azo	Color
monoazo:	
Alquilo-N=N-alquilo	Anaranjado claro
Alquilo-N=N-arilo	Amarillo
Arilo-N=N-arilo	Rojo anaranjado
Bisazo:	
	{ Café Azul Negro
	{ Amarillo Anaranjado Rojo
Trisazo:	
Ar-N=N-arilo-N=N-arilo-N=N-Ar	café-azul verdoso

Fuente: Sanz Tejedor (2017).

1.11 Contaminantes emergentes

Los colorantes textiles, son una de las fuentes principales que contaminan el agua de desecho en la industria textil; sin embargo, otro de los factores que contribuyen a esta situación, son los contaminantes emergentes, los cuales corresponden en la mayoría de los casos a agentes químicos nocivos no regulados, dentro de ellos se encuentran fármacos, compuestos perfluorados, hormonas, drogas de abuso, microplásticos, pesticidas, antibióticos, y productos de cuidado e higiene personal; gran parte de estos se encuentran en aguas residuales. Dentro de las tecnologías alternativas que se han desarrollado para este tipo de contaminantes son:

- Recarga de acuíferos.
- Balsas de infiltración.
- Utilización de hongos en sistemas de biorreactor con cinéticas de degradación mucho más lentas.

Sin embargo, estas tecnologías son muy tardadas, además de que el uso de todas ellas queda restringido a pequeñas poblaciones (BECERRIL BRAVO, 2009).

1.12 Estudios similares a esta investigación

Se han realizado estudios similares a esta investigación, dentro de los cuales se encuentra, la degradación fotocatalítica de naranja de metilo sobre un monocristal de ZnO, el cual (KISLOV, y otros, 2009) lo orientaron hacia la dependencia de la fotoactividad y fotoestabilidad de ZnO. Esta trata sobre los fotocatalizadores de óxido metálico tales como TiO₂ u ZnO, siendo estos, materiales prometedores, tanto para la producción de combustibles químicos, así como para la degradación de contaminantes orgánicos mediante la utilización de luz solar y/o luz UV. Se han dedicado enormes esfuerzos para ajustar la actividad fotocatalítica de TiO₂, las propiedades de ZnO se han investigado menos exhaustivamente, principalmente debido a su fotoestabilidad en solución

acuosa. Se investigó la fotoestabilidad y la actividad fotocatalítica de diferentes orientaciones de cristal de ZnO con el fin de establecer si todas las disposiciones enfrentan las mismas limitaciones para aplicaciones en fotocatálisis. En los compuestos TiO_2 y SrTiO_3 , se han observado variaciones de actividad para diferentes orientaciones cristalográficas. En la mayoría de los casos, el origen fundamental de estas variaciones no pudo identificarse de manera concluyente. Se han propuesto varios mecanismos para contribuir a la dependencia de la cara de la actividad fotocatalítica. En esta contribución, se muestra que el compuesto ZnO también exhibe una fotoactividad marcadamente distinta para diferentes orientaciones de superficie. Estos análisis son consistentes con estudios que informan una mayor actividad para la superficie de ZnO(0001)-Zn en comparación con la superficie de ZnO(000-1)-O para la fotorreducción de Ag. Dentro de los estudios realizados, se investigó la fotodegradación de naranja de metilo como reacción modelo para la degradación de contaminantes orgánicos sobre las dos superficies polares ZnO(0001)-Zn y ZnO(000-1)-O, así como la superficie no polar de ZnO(10-10).

Posteriormente, se desarrolló de un método para la fotodegradación de naranja de metilo bajo luz visible, mediante una estructura micro-nano jerárquica Cu_2O , fabricada mediante un procesamiento de láser híbrido y distribución de compuestos químicos, siendo parte de este desarrollo (DONG, y otros, 2011). Esta estructura micro-nano jerárquica en el sustrato, fue fabricada por un enfoque híbrido que incluía deposición por láser, ablación con láser y desmoldeo químico. La estructura consistió en micro-protuberancias con un ancho de $50 \mu\text{m}$ y una altura de $100 \mu\text{m}$, así como estructuras nanoporosas con un tamaño de 70-150 nm en las micro-protuberancias. Se sometieron a análisis, y los resultados de DRX y ESCA confirmaron que estas estructuras jerárquicas estaban hechas de Cu_2O . Para su uso, se sometieron a comparación tres estructuras adicionales con tamaño de característica en miliscale, microescala, y nanoescala, también se prepararon respectivamente con los métodos propuestos. Como resultado se obtuvo que, bajo luz visible, la estructura micro-nano exhibió el mejor rendimiento

de fotodegradación, esto debido a la gran superficie específica y la reacción catalítica impulsada por los óxidos cuprosos.

En ese entonces (LIAO, y otros, 2011), crearon un sistema para la degradación fotocatalítica de naranja de metilo, con un electrodo de malla de TiO_2/Ti con matrices de nanotubos en 3D; teniendo la finalidad de mejorar aún más las técnicas fotocatalíticas de purificación de agua y tratamiento de aguas residuales; por ello prepararon con éxito un nuevo tipo de malla fotoelectrodo de TiO_2/Ti , mediante anodización en solución de etilenglicol. Además, investigaron los efectos de diversos parámetros en la fotodegradación de naranja de metilo, tales como la temperatura de calcinación de los diferentes fotoelectrodos, el valor del pH inicial de la solución de naranja de metilo y del peróxido de hidrógeno. Los resultados experimentales demostraron la excelente estabilidad del electrodo de malla de TiO_2/Ti .

Posteriormente la degradación fotocatalítica de naranja de metilo (HE, y otros, 2012), la desarrollaron sobre nanocintas de TiO_2 combinados con nitrógeno-flúor preparado por síntesis solvotermal. En esa investigación, crearon nanocintas de TiO_2 codopadas de nitrógeno-flúor (N-F) de tipo anatasa, mediante un método solvotermal, en el que usaron microesferas de titanía amorfa como precursores. Las nanocintas de TiO_2 que prepararon, estaban compuestas de nanocintas angostas y delgadas; observaron que había una gran cantidad de mesoporosos de tipo agujero de gusano en las nanocintas angostas. La actividad fotocatalítica de las nanocintas de TiO_2 codopadas de nitrógeno-flúor (N-F) se midieron mediante la reacción de degradación fotocatalítica de naranja de metilo. Los resultados indicaron que la actividad fotocatalítica de las nanocintas de TiO_2 codopadas de N-F es más alta que la de P25, que se atribuye principalmente a mesoporosos similares a agujeros de gusano como prisión, área de superficie más grande, y absorción mejorada de luz debido a la codopación de N-F. Curiosamente, también se encontró que la actividad fotocatalítica se puede mejorar aún más cuando se utiliza en un nuevo método de prueba, porque las nanocintas pueden capturar más fotones para estimular la formación del par electrón-hueco.

Debido a la gran acumulación de microcontaminantes orgánicos en el agua y aguas residuales (PETRELLA, y otros, 2013), desarrollaron un equipo a escala de laboratorio para la eliminación fotocatalítica. Para la degradación de naranja de metilo. En esta investigación, se utilizó una unidad innovadora a escala de laboratorio para llevar a cabo la degradación catalítica inducida por la luz ultravioleta de naranja de metilo. Para este propósito, el sistema experimental estaba formado por un fondo y un depósito superior (~120 L cada uno), los cuales estaban conectados por un canal inclinado a través del cual se recirculaba el agua. TiO_2 (anatasa) se depositó ($\sim 10^{-2}$ mg/cm²) en el fondo del canal de conexión, mientras que la solución de naranja de metilo se expuso a la radiación UVB ($\lambda \approx 300$ nm) durante su recirculación a través del canal de conexión. La unidad se caracterizó por primera vez desde el punto de vista hidrodinámico e hidráulico. La cinética de fotodegradación fue seguida por mediciones de absorción UV-Vis de la concentración residual de la solución de naranja de metilo a lo largo del tiempo, y se demostró el efecto sinérgico del catalizador, y la intensidad de la radiación UV en el estímulo de la degradación del sustrato. La eficiencia de reducción del sistema UV/ TiO_2 hacia la solución de naranja de metilo se evaluó en el rango de concentración de 0.3-8.5 mg/L. Los patrones cinéticos se describieron mediante modelos teóricos de primer orden (o pseudo-1er orden), hasta la concentración de 0.7 mg/L, mientras que a concentraciones más altas las tendencias cinéticas se describieron mejor mediante modelos de orden cero independientemente de la concentración de sustrato en la fase líquida. La solución propuesta, después de una investigación de campo de alto nivel, puede representar una alternativa valiosa a los métodos utilizados convencionalmente para la eliminación de colorantes textiles de aguas residuales, es decir, clarificación de agua, ósmosis inversa, adsorción de carbón activado, y biosorción.

Por otra parte (YANG, y otros, 2013), mediante oxidación electrocatalítica autoactivada desarrollaron una célula de energía híbrida para la degradación de naranja de metilo. Dentro de esta investigación, dieron a conocer que el naranja de metilo puede degradarse por un proceso de oxidación electrocatalítica,

impulsado por una fuente de energía, debido a la generación de un radical hidroxilo superoxidativo en el ánodo. Crearon una célula de energía híbrida, que se puede utilizar para un proceso electrocatalítico autoamplificado para la degradación de naranja de metilo sin utilizar una fuente de alimentación externa. La célula de energía híbrida, puede cosechar energía mecánica y térmica de manera simultánea o individual.

Así mismo, con el objetivo para la eliminación fotocatalítica sinérgica de Cr (VI) y naranja de metilo (YANG, WANG, DENG, NG, & ZHAO, 2014), estudiaron la fabricación asistida por microondas de microesferas de TiO₂ nanoparticuladas. Investigaron acerca de la producción del alto rendimiento de microesferas de TiO₂ nanoparticuladas (NTMs) micro/nanoestructuradas, a través de un enfoque hidrotermal facilitado por microondas. Se concluyó, que el calentamiento de microondas fue rápido y uniforme, además de que se pudo reducir el tiempo de reacción a 30 minutos, un orden de magnitud más corto que el de los métodos hidrotermales convencionales. Los resultados obtenidos para la descontaminación fotocatalítica simultánea de Cr (VI) y naranja de metilo, demostraron un fuerte efecto sinérgico que mejoró drásticamente tanto la reducción de Cr (VI), como las eficiencias de eliminación de la oxidación de naranja de metilo. Este trabajo no sólo enriqueció los métodos de síntesis del TiO₂ micro/nanoestructurado, sino que también proporcionó un nuevo medio para mejorar la eficiencia fotocatalítica a través del efecto sinérgico inducido estructuralmente, aplicable a los otros sistemas de catálisis.

2. METODOLOGÍA

2.1 Plan general de trabajo

El desarrollo experimental del presente trabajo fue llevado a cabo de acuerdo con el esquema general mostrado en la fig. 9. Las actividades correspondientes se realizaron en el laboratorio de investigación FIQ5-305F, ubicado en la Facultad de Ingeniería Química de la Benemérita Universidad

Autónoma de Puebla, con dirección Av. 18 Sur s/n, colonia San Manuel, C. P. 72000, Puebla, Pue.

2.2 Materiales

2.2.1 Reactivos

- Nitrato de Plata (AgNO_3).
- Óxido de Zinc (ZnO).
- Flujo de aire.
- Naranja de Metilo ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$).
- Agua destilada.

2.2.2 Equipo

- Balanza Analítica.
- Espátula.
- Vaso de precipitados.
- Agitador magnético.
- Piseta.
- Parrilla de agitación y calentamiento.
- Reactor calcinador.
- Soporte universal.
- Pinza de laboratorio.
- Perilla para pipeta.
- Pipeta graduada.
- Cronómetro.
- Matraz aforado.
- Cajón de madera aislante para radiación de la lámpara de luz UV.
- Parrilla de calentamiento.
- Reactor de borosilicato.

- Manguera.
- Bomba de agua sumergible.
- Lámpara de luz UV.
- Tubo para cubrir la lámpara de luz UV.
- Tubo de vidrio para inyectar flujo de aire.
- Probeta.
- Jeringa estándar.
- Frascos de muestras.

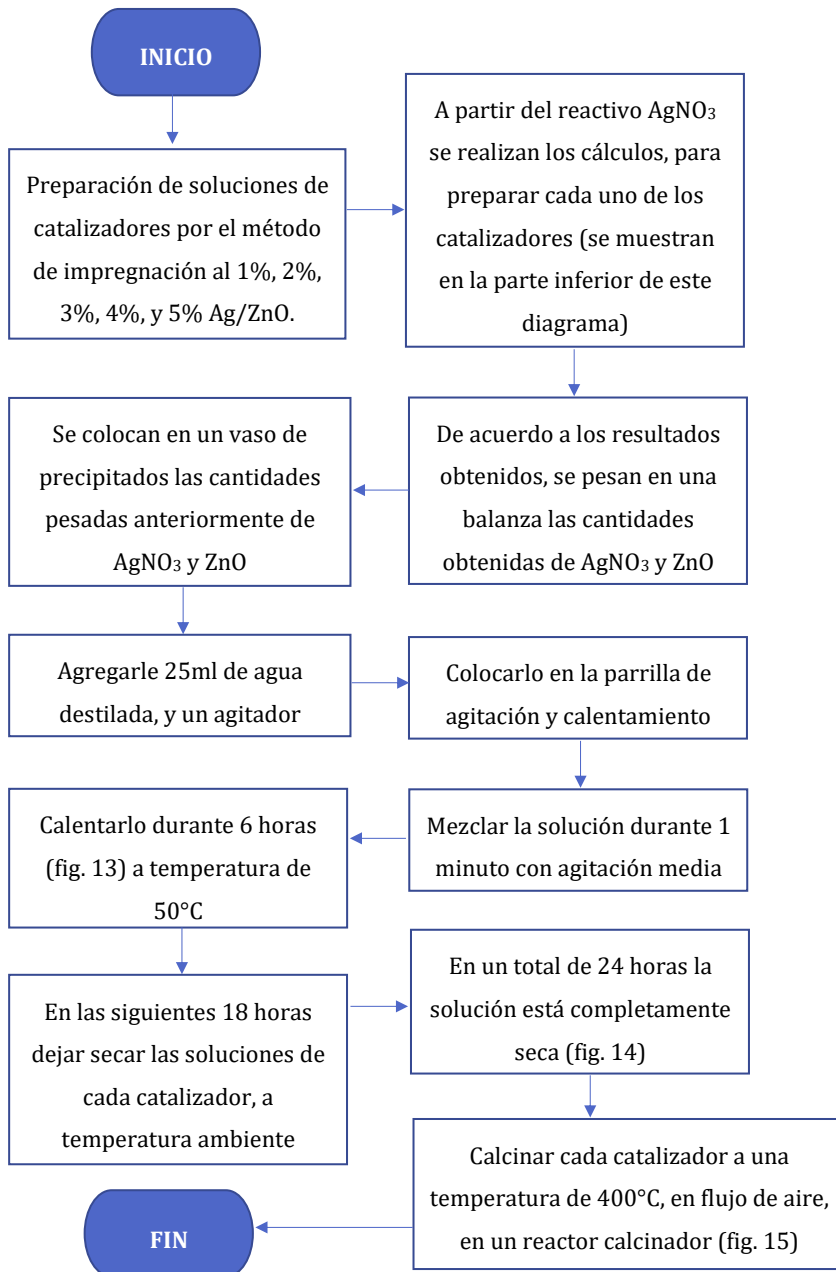


Figura 9. Esquema general de trabajo.

Fuente: Elaboración propia.

2.3 Espectroscopía UV-Vis

2.3.1 Técnica por Espectroscopía UV-Vis

La espectroscopía UV-Vis, está basada en el proceso de absorción de la radiación ultravioleta-visible (radiación con longitud de onda comprendida entre los 160 y 780 nm) por una molécula. La absorción de esta radiación, causa el impulso de un electrón a un estado excitado. Los electrones que se excitan al absorber radiación de esta frecuencia, son los electrones de enlace de las moléculas, por lo que los picos de absorción se pueden correlacionar con los distintos tipos de enlace presentes en el compuesto. Debido a ello, la espectroscopía UV-Vis se utiliza para la identificación de los grupos funcionales presentes en una molécula. Las bandas que aparecen en un espectro UV-Vis son anchas, debido a la superposición de transiciones vibracionales y electrónicas. La espectrometría ultravioleta-visible o espectrofotometría UV-Vis, implica la espectroscopía de fotones en la región de radiación ultravioleta-visible. Utiliza la luz en los rangos visible y adyacentes (ultravioleta (UV) cercano, e infrarrojo (IR) cercano) (fig. 10). En esta región del espectro electromagnético, las moléculas se someten a transiciones electrónicas. Esta técnica es complementaria de la espectrometría de fluorescencia, que trata con transiciones desde el estado excitado al estado basal, mientras que la espectrometría de absorción mide transiciones desde el estado basal al estado excitado. La espectrometría UV-Vis, se utiliza habitualmente en la determinación cuantitativa de soluciones de iones metálicos de transición, y compuestos orgánicos muy conjugados (AGUIRRE, 2018).

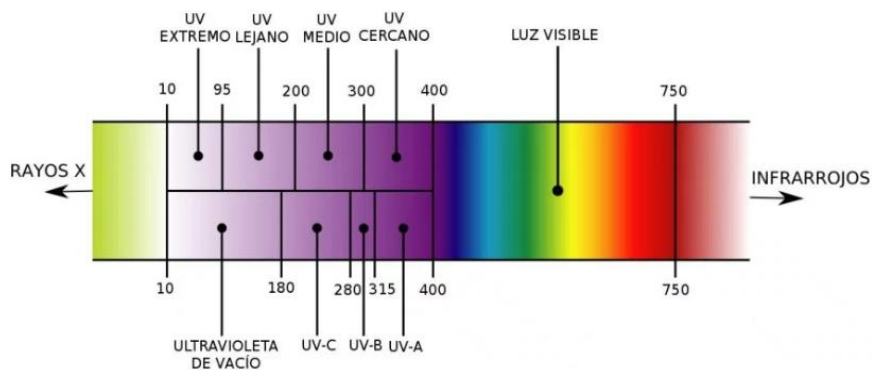


Figura 10. Rangos UV cercano, e IR cercano; del espectro electromagnético.

Fuente: Aguirre (2018).

2.3.2 Compuestos orgánicos

Los compuestos orgánicos, especialmente aquellos con un alto grado de conjugación, también absorben luz en las regiones del espectro electromagnético visible o ultravioleta (fig. 11). Los disolventes para estas determinaciones, son a menudo el agua para los compuestos solubles en agua, o el etanol para compuestos orgánicos solubles. Los disolventes orgánicos, pueden tener una significativa absorción de UV, por lo que no todos los disolventes son adecuados para su uso en espectrometría UV. El etanol, absorbe muy débilmente en la mayoría de longitudes de onda. La polaridad y el pH del disolvente, pueden afectar la absorción del espectro de un compuesto orgánico. La tirosina, por ejemplo, aumenta su máximo de absorción y su coeficiente de extinción molar cuando aumenta el pH de 6 a 13, o cuando disminuye la polaridad de los disolventes (AGUIRRE, 2018).

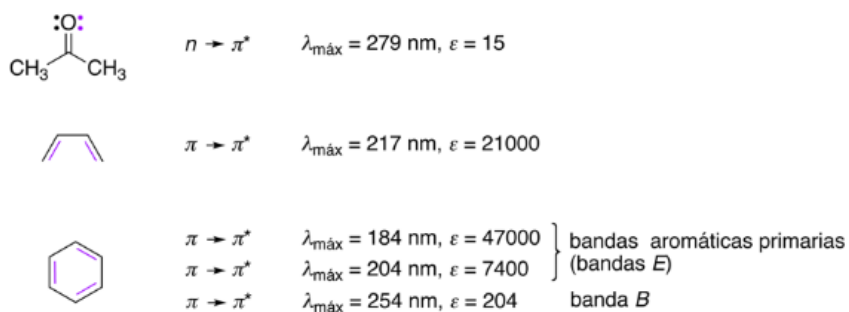


Figura 11. Ejemplos de cromóforos.

Fuente: Aguirre (2018).

2.3.3 Ley de Beer-Lambert

Establece que la absorbancia de una solución, es directamente proporcional a la concentración de la solución. Por lo tanto, la espectrometría UV-Vis (fig. 12) puede usarse para determinar la concentración de una solución. Es necesario saber con qué rapidez cambia la absorbancia con la concentración.

Esto puede ser obtenido a partir de referencias (tablas de coeficientes de extinción molar) o, con más exactitud, determinándolo a partir de una curva de calibración (AGUIRRE, 2018).

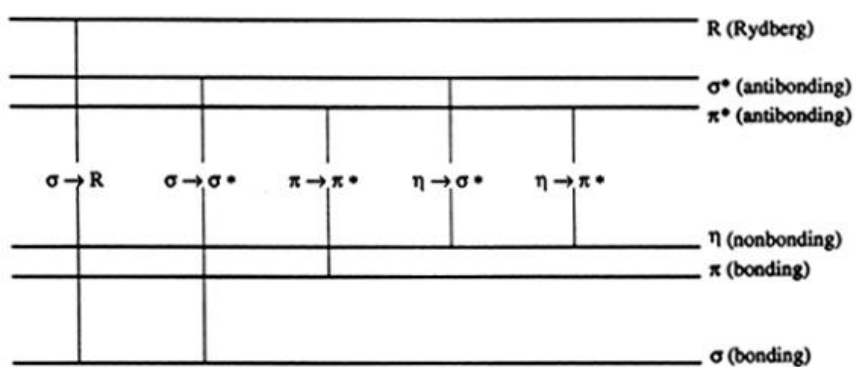


Figura 12. Transiciones electrónicas entre orbitales σ , π , y η .

Fuente: Aguirre (2018).

Cada sustancia tiene un espectro de absorción característico, que dependerá de la configuración electrónica de la molécula, átomo o ión, y de las posibles transiciones electrónicas que se puedan producir con la radiación que incide sobre ella, como se muestra en la tabla 6 (AGUIRRE, 2018).

Tabla 6. Tipos de transiciones electrónicas de cromóforos.

Cromóforo	Ejemplo	Disolvente	$\lambda_{\text{máx}}$ (nm)	$\epsilon_{\text{máx}}$	Tipos de transición
Alqueno	$\text{C}_6\text{H}_{13}\text{CH}=\text{CH}_2$	n-Heptano	177	13000	$\pi \rightarrow \pi^*$
Alquino	$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{C} \equiv \text{C}-\text{CH}_3$	n-Heptano	178 196 225	10000 2000 160	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$
Carbonilo	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{CH}_3-\text{C}-\text{CH}_3 \end{array}$	n-Hexano	186 280	1000 16	$n \rightarrow \delta^+$ $n \rightarrow \pi^*$
	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{CH}_3-\text{C}-\text{H} \end{array}$	n-Hexano	180 293	elevada 12	$n \rightarrow \delta^+$ $n \rightarrow \pi^*$
Carbonxilo	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{CH}_3\text{COH} \end{array}$	Etanol	204	41	$n \rightarrow \pi^*$
Amida	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{CH}_3-\text{C}-\text{NH}_2 \end{array}$	Agua	214	60	$n \rightarrow \pi^*$
Azo	CH_3CNH_2	Etanol	339	5	$n \rightarrow \pi^*$
Nitro	CH_3NO_2	Isooctanol	280	22	$n \rightarrow \pi^*$
Nitroso	$\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}$	Etiléter	300	100	$\pi \rightarrow \pi^*$
			665	20	$n \rightarrow \pi^*$
Nitrato	$\text{C}_2\text{H}_5\text{ONO}_2$	Dioxano	270	12	$n \rightarrow \pi^*$

Fuente: Aguirre (2018).

2.4 Difracción de Rayos X

2.4.1 Técnica por Difracción de Rayos X

La difracción de rayos X, es uno de los fenómenos físicos que se producen al interaccionar un haz de rayos X, de una determinada longitud de onda, con una sustancia cristalina. Se basa en la dispersión coherente del haz de rayos X por parte de la materia (se mantiene la longitud de onda de la radiación), y en la interferencia constructiva de las ondas que están en fase y que se dispersan en determinadas direcciones del espacio.

El fenómeno de la difracción, puede describirse con la Ley de Bragg, que predice la dirección en la que se da interferencia constructiva entre haces de rayos X dispersados coherentemente por un cristal (R. & A., 2017).

2.4.2 Información que genera el análisis por Difracción de Rayos X

La difracción de rayos en muestra policristalina, permite abordar la identificación de fases cristalinas (puesto que todos los sólidos cristalinos poseen su difractograma característico), tanto en su aspecto cualitativo como cuantitativo. Los estudios de polimorfismo, transiciones de fase, soluciones sólidas, medida del tamaño de partícula, determinación de diagramas de fase, etc., se realizan habitualmente por difracción de rayos X.

En algunos casos, es interesante realizar el estudio de la evolución térmica de los difractogramas (termodifractometría), para conocer la evolución de la cristalinidad de la muestra, caracterizar los procesos de descomposición térmica, los cambios de fase que tienen lugar, etc. (R. & A., 2017).

2.4.3 Descomposición térmica de una fase cristalina

Toda fase cristalina presenta una huella dactilar, que es su diagrama de difracción. Si esa fase, sufre un cambio en su estructura cristalina, o en su composición química, su huella dactilar cambiará, ya que están modificándose aspectos importantes que definen su diagrama de difracción. Este hecho puede ser utilizado para analizar aspectos tales como la estabilidad térmica de una fase (R. & A., 2017).

2.5 Diseño experimental

2.5.1 Preparación de catalizadores por el método de impregnación

Procedimiento:

- En la página 32, se muestra un diagrama de flujo (fig. 9), de acuerdo a la parte experimental que se llevó a cabo para elaborar cada una de las soluciones de los catalizadores (fig. 13, 14, y 15) de Ag/ZnO al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5%; a partir del reactivo AgNO_3 , el cual tiene un peso molecular de $\text{PM} [\text{g/mol}] = 169.87$.



Figura 13. Soluciones de los catalizadores preparados por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO, y 2% Ag/ZnO; respectivamente, sobre la parrilla de agitación y calentamiento.

Fuente: Propia.



Figura 14. Solución completamente seca del catalizador preparado por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO.

Fuente: Propia.



Figura 15. Catalizador preparado por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO, dentro de un tubo, listo para calcinar en el reactor de borosilicato.

Fuente: Propia.

2.5.2 Preparación de las soluciones

- Se preparó la solución de naranja de metilo de 20 ppm, la cual se sometió a degradación fotocatalítica (fig. 16), de acuerdo al siguiente método:

Para saber cuántos gramos de naranja de metilo (P.M. $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ [g/mol] = 327.334) se iban a utilizar, para preparar 1 litro de solución de 20 ppm, se realizaron los siguientes cálculos:

$$\frac{20 \text{ mg } C_{14}H_{14}N_3NaO_3S}{1 \text{ L}} \times \frac{1 \text{ g } C_{14}H_{14}N_3NaO_3S}{1000 \text{ mg } C_{14}H_{14}N_3NaO_3S} \times \frac{1 \text{ mol } C_{14}H_{14}N_3NaO_3S}{327.334 \frac{\text{g}}{\text{mol}} C_{14}H_{14}N_3NaO_3S}$$

$$= \frac{0.00006108 \text{ mol}}{L} = 0.00006108 \text{ M}$$

De acuerdo a la ecuación 11 de molaridad de una solución se tiene que:

$$M = \frac{n}{V}$$

Ec.11

Donde:

M = Molaridad de una solución

n = Número de moles del soluto

V = Litros de la solución

Despejando de la ecuación 11 el término n, queda de la siguiente forma la ecuación 12:

$$n = M * V$$

Ec. 12

Sustituyendo en la ecuación 12 se tiene:

$$n = (0.00006108 \text{ M}) * (1 \text{ L})$$

$$n = 0.00006108 \text{ moles}$$

Al convertir el valor de moles a unidades de gramos, queda de la siguiente forma:

$$0.00006108 \text{ moles} \frac{327.334 \text{ g}}{1 \text{ mol}} = 0.02 \text{ g } C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$$

Por lo tanto, se necesitaron 0.02 g de naranja de metilo ($C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$), para preparar 1 L de solución; la forma en la que se elaboró es la siguiente:

En una balanza se pesaron 0.02 g de naranja de metilo, posteriormente esa cantidad se colocó en un matraz de un volumen de 1000 ml, y este se aforó con agua destilada.



Figura 16. Solución de naranja de metilo de 20 ppm.

Fuente: Propia.

- A partir de la solución de naranja de metilo de 20 ppm se prepararon las soluciones de 15 ppm, 10 ppm, y 5 ppm (fig. 17).



Figura 17. Solución de naranja de metilo de 20 ppm, 15 ppm, 10 ppm, y 5 ppm; respectivamente.

Fuente: Propia.

De acuerdo a la ecuación de concentraciones, se tiene la ecuación 13:

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

Ec. 13

Donde:

C_1 = Concentración 1

V_1 = Volumen 1

C_2 = Concentración 2

V_2 = Volumen 2

A partir de la ecuación 13, se despejó el término de V_1 , y se obtuvo la ecuación 14:

$$V_1 = \frac{C_2V_2}{C_1}$$

Ec. 14

Con la ecuación 14, se pudo conocer el volumen que se requería para preparar las soluciones de naranja de metilo de 15 ppm, 10 ppm, y 5 ppm, en matraces con un volumen de 50ml, a partir de la solución de naranja de metilo de 20 ppm.

Para la solución de naranja de metilo de 15 ppm:

$$V_1 = \frac{C_2 V_2}{C_1}$$

$$V_1 = \frac{(15 \text{ ppm}) * (50 \text{ ml})}{(20 \text{ ppm})}$$

$$V_1 = 37.5 \text{ ml}$$

Para la solución de naranja de metilo de 10 ppm:

$$V_1 = \frac{C_2 V_2}{C_1}$$

$$V_1 = \frac{(10 \text{ ppm}) * (50 \text{ ml})}{(20 \text{ ppm})}$$

$$V_1 = 25 \text{ ml}$$

Para la solución de naranja de metilo de 5 ppm:

$$V_1 = \frac{C_2 V_2}{C_1}$$

$$V_1 = \frac{(5 \text{ ppm}) * (50 \text{ ml})}{(20 \text{ ppm})}$$

$$V_1 = 12.5 \text{ ml}$$

Posteriormente se utilizaron 3 matraces, con un volumen de 50ml; de la solución de naranja de metilo de 20 ppm que se preparó anteriormente, con ayuda de una pipeta se tomaron de ese matraz 37.5 ml para preparar la solución de 15 ppm, 25 ml para la solución de 10 ppm, y 12.5 ml para la solución de 5 ppm, y respectivamente se colocaron en cada matraz, al mismo tiempo de que se aforaron.

Correspondientemente se utilizaron 4 frascos de muestras, en cada uno de ellos se colocó con ayuda de una pipeta la cantidad de 5ml de cada solución, es decir, la solución de 20 ppm, 15 ppm, 10 ppm, y 5 ppm (fig. 18).



Figura 18. Frascos con muestras de la solución de 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, y 20 ppm; respectivamente.

Fuente: Propia.

- Por Espectrofotometría UV-Vis se determinaron las absorbancias de las soluciones de 20 ppm, 15 ppm, 10 ppm, y 5 ppm, que se colocaron en los frascos de muestras, para obtener la curva de calibración.

2.5.3 Acondicionamiento del sistema fotocatalítico

- Se acondicionó el sistema fotocatalítico, para degradar la solución de naranja de metilo con cada uno de los catalizadores preparados por el método de impregnación (1%, 2%, 3%, 4%, y 5% Ag/ZnO), y con los catalizadores reducidos (1%, 3%, y 5% Ag/ZnO).

El sistema fotocatalítico se instaló en un cajón de madera, el cual se podía abrir y cerrar, debido a que la lámpara ultravioleta es dañina para la vista, dentro de este cajón de madera se colocó una parrilla de agitación y calentamiento, sobre ella se encontraba un reactor de borosilicato con un volumen de 250 ml, este tiene dos orificios, el de la parte inferior es donde mediante una manguera se alimentaba de agua (para ello se colocó un recipiente con capacidad de 4 litros, el cual tenía una bomba de agua sumergible, y agua, para que esta pudiera llegar al reactor), y en el orificio de la parte superior se encontraba una conexión de una manguera, la cual conducía de forma constante el agua que se encontraba dentro del reactor, para que llegara nuevamente al recipiente con capacidad de 4 litros, con la finalidad de que el agua que estaba en el reactor circulara de manera constante, y no se calentara; en cada degradación, dentro del reactor se colocaba un agitador, 200 ml de la solución de naranja de metilo (preparada a 20 ppm), 0.2 g de catalizador (catalizadores preparados por el método de impregnación al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5% Ag/ZnO; y catalizadores reducidos al 1%, 3%, y 5% Ag/ZnO), y un soporte universal, el cual mantenía un tubo que inyectaba un flujo de aire a 100 ml/min, y una lámpara ultravioleta, la cual estaba dentro de un tubo muy delgado (fig. 19).



Figura 19. Sistema Fotocatalítico.

Fuente: Propia.

- Se degradó la solución de naranja de metilo (con la solución que se preparó previamente de 20 ppm), en un reactor, con ayuda de una lámpara ultravioleta, protegida por un tubo muy delgado; y un agitador, empleando en las degradaciones cada uno de los catalizadores preparados por el método de impregnación al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5% Ag/ZnO; y con cada uno de los catalizadores reducidos al 1%, 3%, y 5% Ag/ZnO; en cada degradación se tomaron 5 muestras, cada una de ellas de 5 ml, cada 30 minutos (por lo tanto, cada degradación duró 2 horas y media), y se colocaron en frascos de muestras.

Para cada degradación el procedimiento que se llevaba a cabo era el siguiente:

En un reactor de volumen de 250 ml se agregaban 200 ml de la solución de naranja de metilo, que previamente se había preparado a una concentración de 20 ppm, después a este mismo se le agregaba 0.2 g del catalizador a utilizar en la degradación, al igual que un agitador, y posteriormente se conectaban las mangueras en la parte inferior y superior, el de la parte inferior es donde mediante una manguera se alimentaba de agua, y en el orificio de la parte superior se encontraba una conexión de una manguera, la cual conducía de forma constante el agua que se encontraba dentro del reactor, para que llegara nuevamente al recipiente con capacidad de 4 litros, con la finalidad de que el agua que estaba en el reactor circulara de manera constante, y no se calentara; y un soporte universal, en el cual estaba un tubo que inyectaba un flujo de aire de 100 ml/min a la solución de naranja de metilo que se iba a degradar, y una lámpara ultravioleta que estaba protegida con un tubo muy delgado; (en total se realizaron 8 degradaciones, debido a que se trabajó con catalizadores preparados por el método de impregnación al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5% Ag/ZnO; y con catalizadores reducidos al 1%, 3%, y 5% Ag/ZnO) (fig. 20).



Figura 20. Degradación Fotocatalítica.

Fuente: Propia.

- Las muestras obtenidas durante la degradación de la solución de naranja de metilo con los catalizadores obtenidos por el método de impregnación y los catalizadores reducidos, se les realizó un estudio por Espectroscopía UV-Vis.

Se obtuvieron 25 frascos de muestras, de las soluciones de naranja de metilo degradadas con cada uno de los catalizadores, que se prepararon por el método de impregnación:

Muestras de la solución de naranja de metilo degradada, utilizando el catalizador al 1% Ag/ZnO (fig. 21):



Figura 21. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador preparado por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO.

Fuente: Propia.

Muestras de la solución de naranja de metilo degradadas, utilizando el catalizador al 2% (fig. 22):



Figura 22. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador preparado por el método de impregnación al 2% Ag/ZnO.

Fuente: Propia.

Muestras de la solución de naranja de metilo degradadas, utilizando el catalizador al 3% (fig. 23):



Figura 23. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador preparado por el método de impregnación al 3% Ag/ZnO.

Fuente: Propia.

Muestras de la solución de naranja de metilo degradadas, utilizando el catalizador al 4% (fig. 24):



Figura 24. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador preparado por el método de impregnación al 4% Ag/ZnO.

Fuente: Propia.

Muestras de la solución de naranja de metilo degradadas, utilizando el catalizador al 5% (fig. 25):



Figura 25. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador preparado por el método de impregnación al 5% Ag/ZnO.

Fuente: Propia.

Se obtuvieron 15 frascos de muestras, de las soluciones de naranja de metilo degradadas con cada uno de los catalizadores reducidos:

Muestras de la solución de naranja de metilo degradadas, utilizando el catalizador al 1% Ag/ZnO (fig. 26):

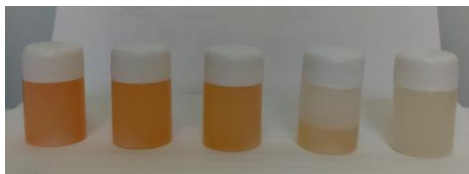


Figura 26. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador reducido al 1% Ag/ZnO.

Fuente: Propia.

Muestras de la solución de naranja de metilo degradadas, utilizando el catalizador al 2% Ag/ZnO (fig. 27):

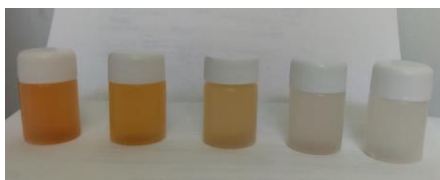


Figura 27. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador reducido al 3% Ag/ZnO.

Fuente: Propia.

Muestras de la solución de naranja de metilo degradadas, utilizando el catalizador al 5% Ag/ZnO (fig. 28):

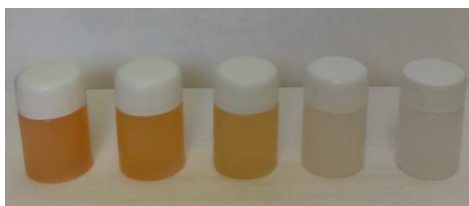


Figura 28. Muestras de la degradación de la solución de naranja de metilo, utilizando el catalizador reducido al 5% Ag/ZnO.

Fuente: Propia.

- Se realizó un análisis por Difracción de Rayos X a los catalizadores preparados por el método de impregnación al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5% Ag/ZnO; así como a los catalizadores reducidos al 1%, 3%, y 5% Ag/ZnO (fig. 29).



Figura 29. Preparación de catalizador para ingresarlo al equipo de Difracción de Rayos X.

Fuente: Propia.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Espectroscopía UV-Vis

A las soluciones de 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm; y a las muestras obtenidas durante la degradación de la solución de naranja de metilo con los catalizadores obtenidos por el método de impregnación al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5% Ag/ZnO; y con los catalizadores reducidos al 1%, 3%, y 5% Ag/ZnO, se les realizó un estudio por Espectroscopía UV-Vis (en total se obtuvieron 44 muestras), con la finalidad de observar en el espectro UV-Vis cuál es el catalizador que tiene mejor rendimiento para degradar la solución de naranja de metilo (la cual se preparó a una concentración de 20 ppm), en la fig. 30, y en la fig. 31 se muestra el Equipo de Espectroscopía UV-Vis.

Comentado [FBR1]: Observar en el espectro

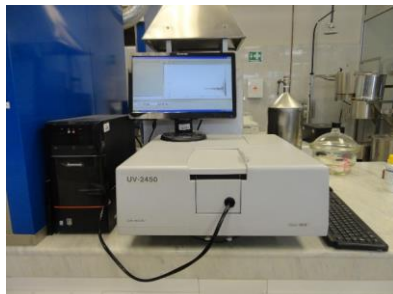


Figura 30. Equipo de Espectroscopía UV-Vis.



Figura 31. Equipo de Espectroscopía UV-Vis.

En la fig. 32 se muestra el estudio por Espectroscopía UV-Vis de las soluciones de 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm. Al analizar la misma figura, se pueden observar las longitudes de onda máxima ($\lambda_{\text{máx}}$), así como las absorbancias (A) de cada solución, por lo tanto, se obtienen los siguientes resultados: $\lambda_{\text{máx } 5 \text{ ppm}} = 458.98$, $A_{5 \text{ ppm}} = 0.44$; $\lambda_{\text{máx } 10 \text{ ppm}} = 460.26$, $A_{10 \text{ ppm}} = 0.74$; $\lambda_{\text{máx } 15 \text{ ppm}} = 461.22$, $A_{15 \text{ ppm}} = 0.57$; $\lambda_{\text{máx } 20 \text{ ppm}} = 465.69$, $A_{20 \text{ ppm}} = 1.37$.

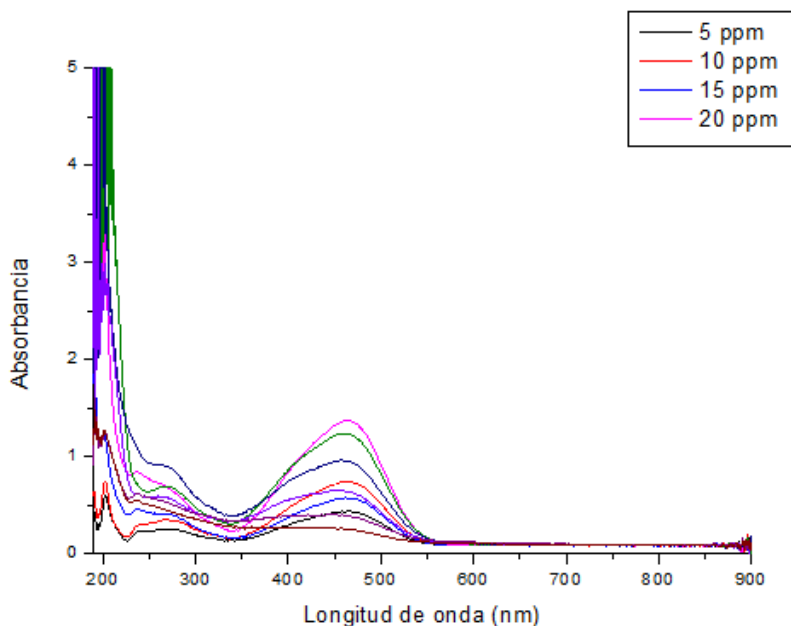


Figura 32. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de las soluciones de 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm.

En la fig. 33 se muestra el estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 1% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 150 min. Al analizar la misma figura, se pueden observar las longitudes de onda máxima ($\lambda_{\text{máx}}$), así como las absorbancias (A) de cada degradación, por lo tanto, se obtienen los siguientes resultados: $\lambda_{\text{máx}} 1\% \text{ Ag/ZnO-30 min (MI)} = 461.22$, $A_{1\% \text{ Ag/ZnO-30 min (MI)}} = 1.24$; $\lambda_{\text{máx}} 1\% \text{ Ag/ZnO-60 min (MI)} = 458.02$, $A_{1\% \text{ Ag/ZnO-60 min (MI)}} = 0.96$; $\lambda_{\text{máx}} 1\% \text{ Ag/ZnO-90 min (MI)} = 454.82$, $A_{1\% \text{ Ag/ZnO-90 min (MI)}} = 0.66$; $\lambda_{\text{máx}} 1\% \text{ Ag/ZnO-120 min (MI)} = 452.58$, $A_{1\% \text{ Ag/ZnO-120 min (MI)}} = 0.41$; $\lambda_{\text{máx}} 1\% \text{ Ag/ZnO-150 min (MI)} = 407.47$, $A_{1\% \text{ Ag/ZnO-150 min (MI)}} = 0.27$.

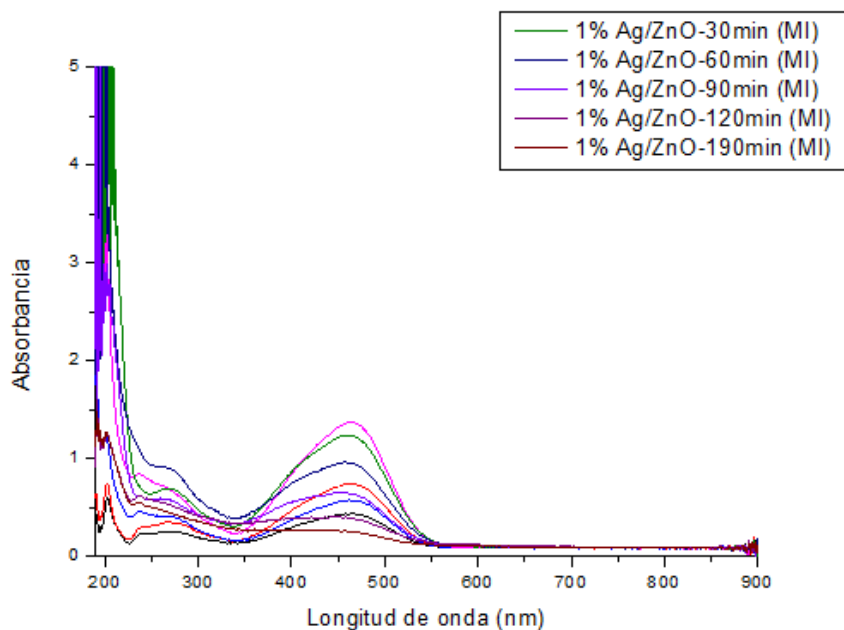


Figura 33. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 1% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min.

En la fig. 34 se muestra el estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 2% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min. Al analizar la misma figura, se pueden observar las longitudes de onda máxima ($\lambda_{\text{máx}}$), así como las absorbancias (A) de cada degradación, por lo tanto, se obtienen los siguientes resultados: $\lambda_{\text{máx}} 2\% \text{ Ag/ZnO-30 min (MI)} = 463.14$, $A_{2\% \text{ Ag/ZnO-30 min (MI)}} = 1.14$; $\lambda_{\text{máx}} 2\% \text{ Ag/ZnO-60 min (MI)} = 458.34$, $A_{2\% \text{ Ag/ZnO-60 min (MI)}} = 0.92$; $\lambda_{\text{máx}} 2\% \text{ Ag/ZnO-90 min (MI)} = 457.38$, $A_{2\% \text{ Ag/ZnO-90 min (MI)}} = 0.71$; $\lambda_{\text{máx}} 2\% \text{ Ag/ZnO-120 min (MI)} = 447.78$, $A_{2\% \text{ Ag/ZnO-120 min (MI)}} = 0.46$; $\lambda_{\text{máx}} 2\% \text{ Ag/ZnO-150 min (MI)} = 388.27$, $A_{2\% \text{ Ag/ZnO-150 min (MI)}} = 0.28$.

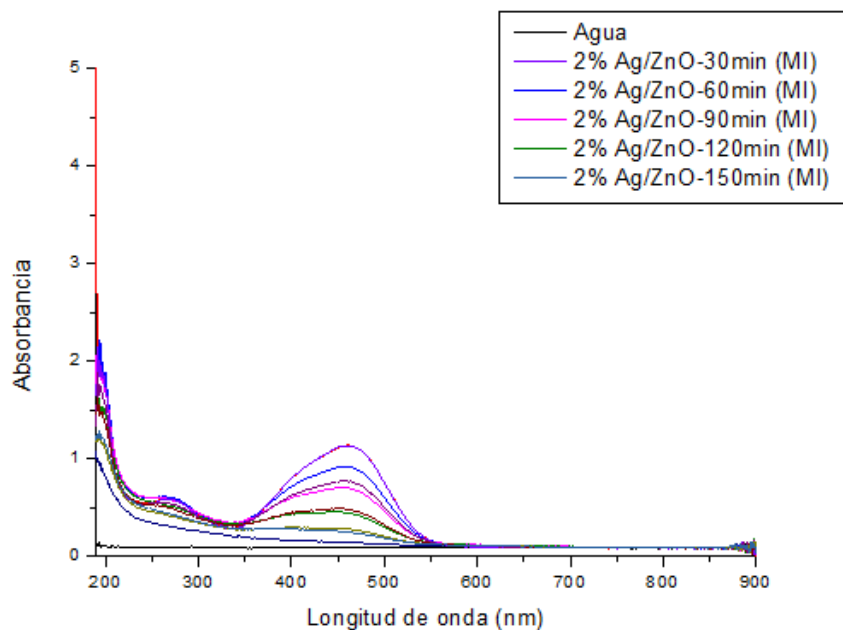


Figura 34. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 2% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min.

En la fig. 35 se muestra el estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 3% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min. Al analizar la misma figura, se pueden observar las longitudes de onda máxima ($\lambda_{\text{máx}}$), así como las absorbancias (A) de cada degradación, por lo tanto, se obtienen los siguientes resultados: $\lambda_{\text{máx}}$ 3% Ag/ZnO-30 min (MI) = 460.89, $A_{3\% \text{ Ag/ZnO-30 min (MI)}}$ = 1.15; $\lambda_{\text{máx}}$ 3% Ag/ZnO-60 min (MI) = 454.49, $A_{3\% \text{ Ag/ZnO-60 min (MI)}}$ = 0.78; $\lambda_{\text{máx}}$ 3% Ag/ZnO-90 min (MI) = 452.26, $A_{3\% \text{ Ag/ZnO-90 min (MI)}}$ = 0.49; $\lambda_{\text{máx}}$ 3% Ag/ZnO-120 min (MI) = 402.03, $A_{3\% \text{ Ag/ZnO-120 min (MI)}}$ = 0.29; $\lambda_{\text{máx}}$ 3% Ag/ZnO-150 min (MI) = 369.39, $A_{3\% \text{ Ag/ZnO-150 min (MI)}}$ = 0.18.

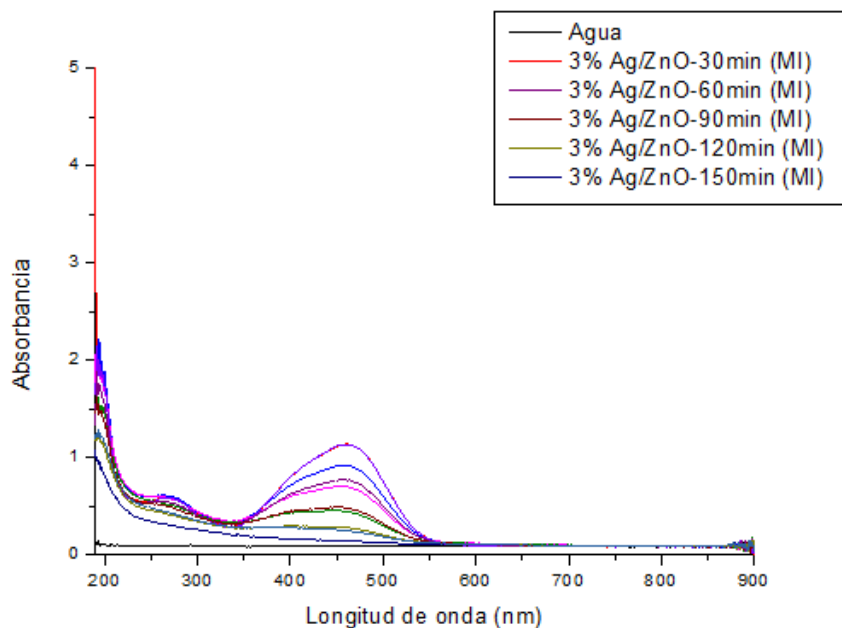


Figura 35. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 3% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min.

En la fig. 36 se muestra el estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 4% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min. Al analizar la misma figura, se pueden observar las longitudes de onda máxima ($\lambda_{\text{máx}}$), así como las absorbancias (A) de cada degradación, por lo tanto, se obtienen los siguientes resultados: $\lambda_{\text{máx}}$ 4% Ag/ZnO-30 min (MI) = 460.58, $A_{4\% \text{ Ag/ZnO-30 min (MI)}}$ = 1.09; $\lambda_{\text{máx}}$ 4% Ag/ZnO-60 min (MI) = 456.09, $A_{4\% \text{ Ag/ZnO-60 min (MI)}}$ = 0.78; $\lambda_{\text{máx}}$ 4% Ag/ZnO-90 min (MI) = 451.62, $A_{4\% \text{ Ag/ZnO-90 min (MI)}}$ = 0.41; $\lambda_{\text{máx}}$ 4% Ag/ZnO-120 min (MI) = 415.15, $A_{4\% \text{ Ag/ZnO-120 min (MI)}}$ = 0.24; $\lambda_{\text{máx}}$ 4% Ag/ZnO-150 min (MI) = 394.67, $A_{4\% \text{ Ag/ZnO-150 min (MI)}}$ = 0.12.

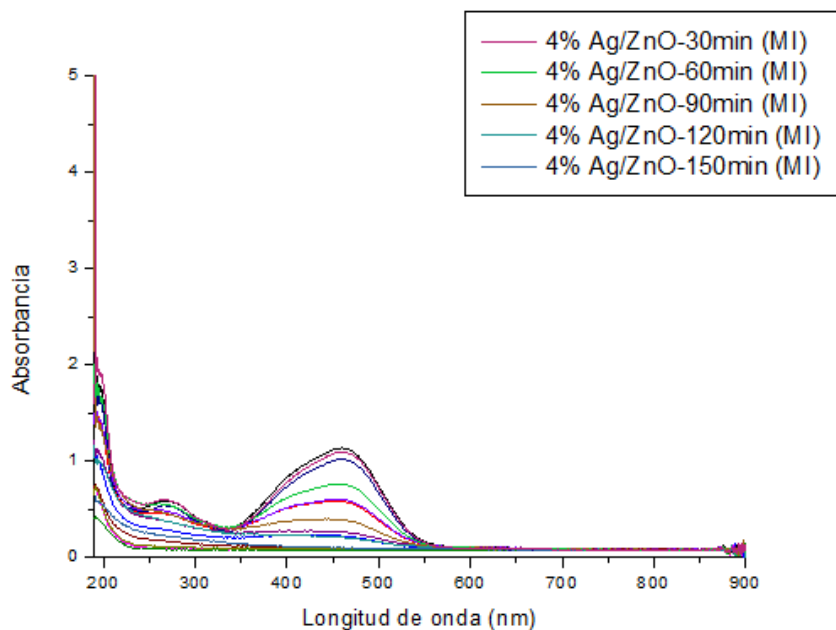


Figura 36. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 4% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min.

En la fig. 37 se muestra el estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 5% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 150 min. Al analizar la misma figura, se pueden observar las longitudes de onda máxima ($\lambda_{\text{máx}}$), así como las absorbancias (A) de cada degradación, por lo tanto, se obtienen los siguientes resultados: $\lambda_{\text{máx}}$ 5% Ag/ZnO-30 min (MI) = 461.22, $A_{5\% \text{ Ag/ZnO-30 min (MI)}}$ = 1.54; $\lambda_{\text{máx}}$ 5% Ag/ZnO-60 min (MI) = 458.02, $A_{5\% \text{ Ag/ZnO-60 min (MI)}}$ = 1.09; $\lambda_{\text{máx}}$ 5% Ag/ZnO-90 min (MI) = 451.62, $A_{5\% \text{ Ag/ZnO-90 min (MI)}}$ = 0.49; $\lambda_{\text{máx}}$ 5% Ag/ZnO-120 min (MI) = 440.09, $A_{5\% \text{ Ag/ZnO-120 min (MI)}}$ = 0.27; $\lambda_{\text{máx}}$ 5% Ag/ZnO-150 min (MI) = 372.28, $A_{5\% \text{ Ag/ZnO-150 min (MI)}}$ = 0.18.

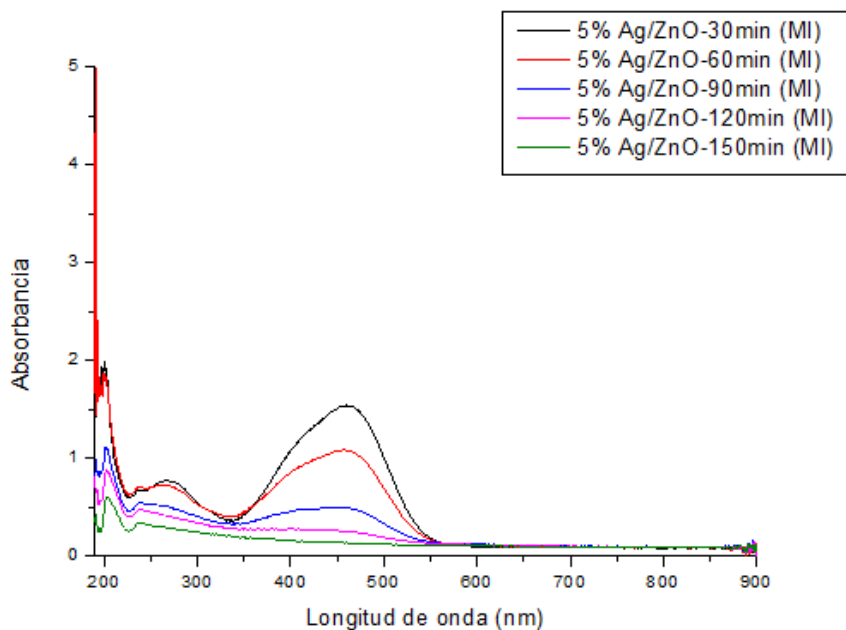


Figura 37. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador al 5% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación (MI), a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min.

En la fig. 38 se muestra el estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador reducido (R) al 1% Ag/ZnO, a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min. Al analizar la misma figura, se pueden observar las longitudes de onda máxima ($\lambda_{\text{máx}}$), así como las absorbancias (A) de cada degradación, por lo tanto, se obtienen los siguientes resultados: $\lambda_{\text{máx}} 1\% \text{ Ag/ZnO-30 min (R)} = 377.08$, $A_{1\% \text{ Ag/ZnO-30 min (R)}} = 0.09$; $\lambda_{\text{máx}} 1\% \text{ Ag/ZnO-60 min (R)} = 460.58$, $A_{1\% \text{ Ag/ZnO-60 min (R)}} = 1.14$; $\lambda_{\text{máx}} 1\% \text{ Ag/ZnO-90 min (R)} = 458.98$, $A_{1\% \text{ Ag/ZnO-90 min (R)}} = 0.92$; $\lambda_{\text{máx}} 1\% \text{ Ag/ZnO-120 min (R)} = 455.14$, $A_{1\% \text{ Ag/ZnO-120 min (R)}} = 0.71$; $\lambda_{\text{máx}} 1\% \text{ Ag/ZnO-150 min (R)} = 454.82$, $A_{1\% \text{ Ag/ZnO-150 min (R)}} = 0.46$.

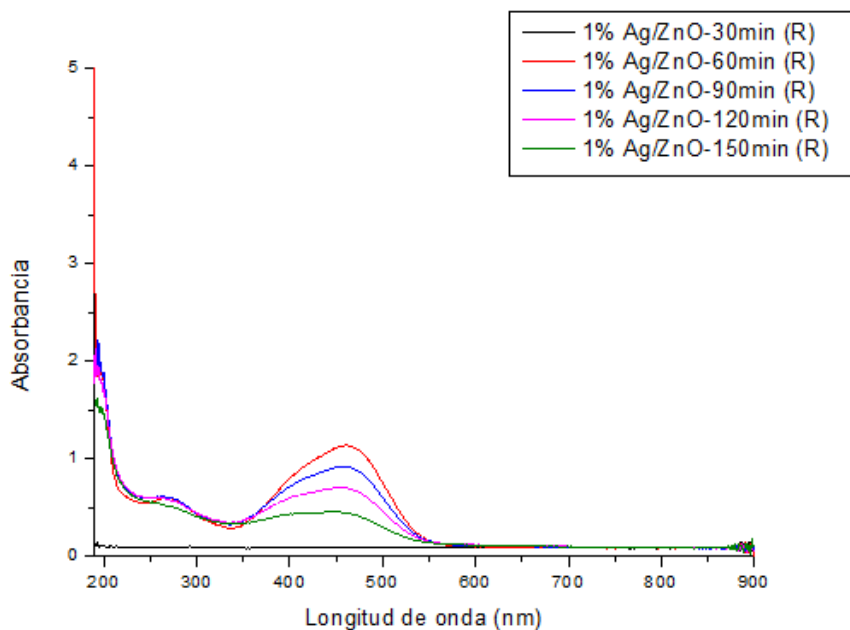


Figura 38. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador reducido (R) al 1% Ag/ZnO, a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 150 min.

En la fig. 39 se muestra el estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador reducido (R) al 3% Ag/ZnO, a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min. Al analizar la misma figura, se pueden observar las longitudes de onda máxima ($\lambda_{\text{máx}}$), así como las absorbancias (A) de cada degradación, por lo tanto, se obtienen los siguientes resultados: $\lambda_{\text{máx}} 3\% \text{ Ag/ZnO-30 min (R)} = 460.26$, $A_{3\% \text{ Ag/ZnO-30 min (R)}} = 1.14$; $\lambda_{\text{máx}} 3\% \text{ Ag/ZnO-60 min (R)} = 454.18$, $A_{3\% \text{ Ag/ZnO-60 min (R)}} = 0.59$; $\lambda_{\text{máx}} 3\% \text{ Ag/ZnO-90 min (R)} = 443.30$, $A_{3\% \text{ Ag/ZnO-90 min (R)}} = 0.24$; $\lambda_{\text{máx}} 3\% \text{ Ag/ZnO-120 min (R)} = 417.71$, $A_{3\% \text{ Ag/ZnO-120 min (R)}} = 0.09$; $\lambda_{\text{máx}} 3\% \text{ Ag/ZnO-150 min (R)} = 415.15$, $A_{3\% \text{ Ag/ZnO-150 min (R)}} = 0.09$.

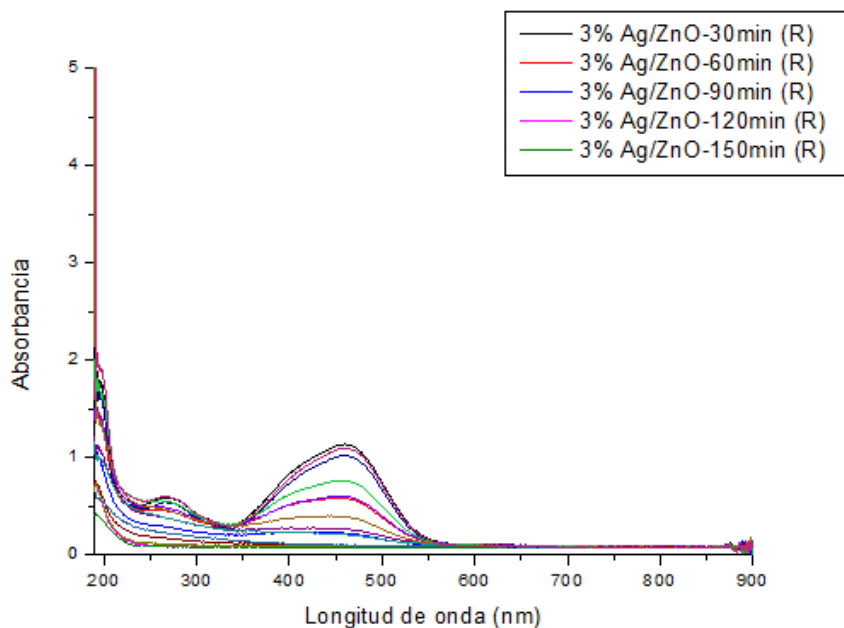


Figura 39. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador reducido (R) al 3% Ag/ZnO, a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 150 min.

En la fig. 40 se muestra el estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador reducido (R) al 5% Ag/ZnO, a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 190 min. Al analizar la misma figura, se pueden observar las longitudes de onda máxima ($\lambda_{\text{máx}}$), así como las absorbancias (A) de cada degradación, por lo tanto, se obtienen los siguientes resultados: $\lambda_{\text{máx}} 5\% \text{ Ag/ZnO-30 min (R)} = 462.18$, $A_{5\% \text{ Ag/ZnO-30 min (R)}} = 1.02$; $\lambda_{\text{máx}} 5\% \text{ Ag/ZnO-60 min (R)} = 454.82$, $A_{5\% \text{ Ag/ZnO-60 min (R)}} = 0.61$; $\lambda_{\text{máx}} 5\% \text{ Ag/ZnO-90 min (R)} = 421.55$, $A_{5\% \text{ Ag/ZnO-90 min (R)}} = 0.29$; $\lambda_{\text{máx}} 5\% \text{ Ag/ZnO-120 min (R)} = 333.88$, $A_{5\% \text{ Ag/ZnO-120 min (R)}} = 0.12$; $\lambda_{\text{máx}} 5\% \text{ Ag/ZnO-150 min (R)} = 324.61$, $A_{5\% \text{ Ag/ZnO-150 min (R)}} = 0.09$.

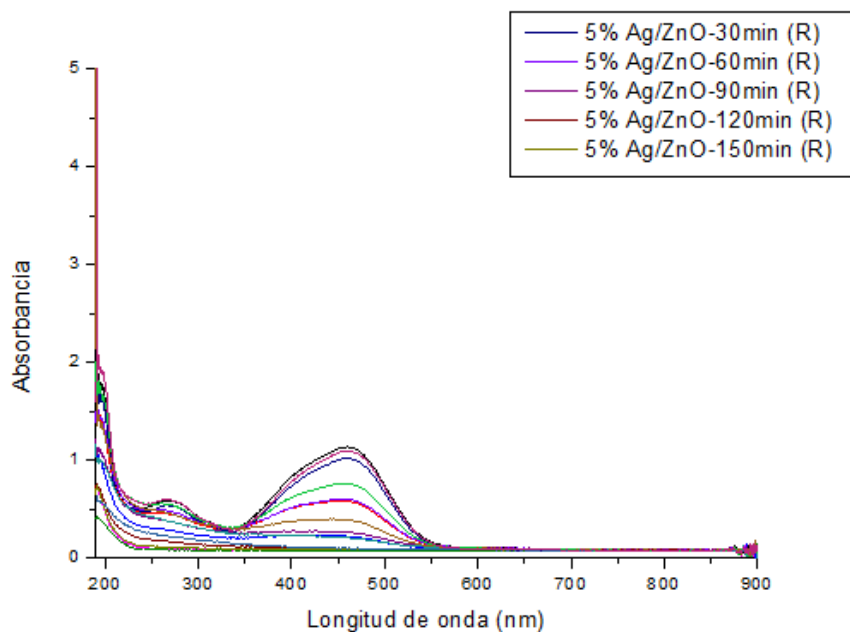


Figura 40. Estudio por Espectroscopía UV-Vis de la degradación de la solución de naranja de metilo empleando el catalizador reducido (R) al 5% Ag/ZnO, a los 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, y 150 min.

3.2 Difracción de Rayos X

Se realizó un análisis por Difracción de Rayos X a los catalizadores preparados por el método de impregnación al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5% de Ag/ZnO; así como a los catalizadores reducidos al 1%, 3%, y 5% de Ag/ZnO; en la fig. 41 se observa el equipo de Difracción de Rayos X; y en la fig. 42 se aprecia una placa en la cual se coloca la muestra del catalizador a analizar en el equipo por Difracción de Rayos X.



Figura 41. Equipo por Difracción de Rayos X.



Figura 42. Placa para colocar muestra del catalizador en el equipo por Difracción de Rayos X.

En la fig. 43 se muestra el análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO, en la cual como se puede observar las señales características del ZnO se encuentran en 31.9, 34.5, 36.2, 47.8, 56.8, 63, 66.8, 68, 69.2, 72.9, 77.1, 81.5, y 89. En tanto, las señales características de Ag⁺ se encuentran en 38, y 44.1.

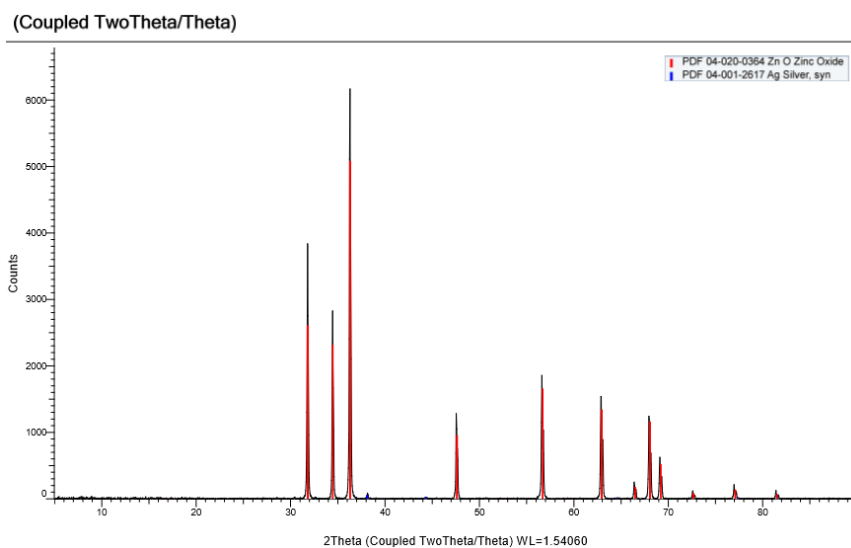


Figura 43. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 1% Ag/ZnO.

En la fig. 44 se muestra el análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 2% Ag/ZnO, en la cual como se puede observar las señales características del ZnO se encuentran en 31.8, 34.4, 36.3, 47.8, 56.8, 62.9, 66.4, 68, 69.2, 72.7, y 77.1. En tanto, las señales características de Ag⁺ se encuentran en 38.1, 44.3, 64.4, y 77.4.

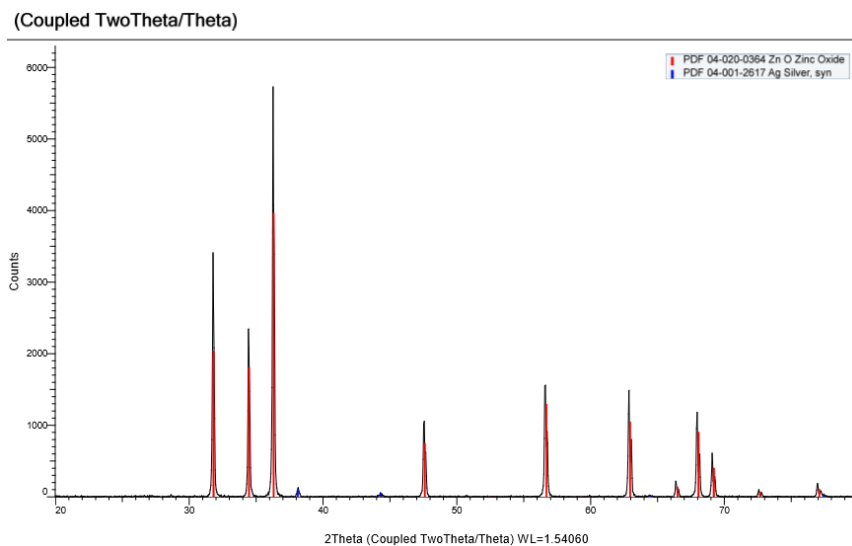


Figura 44. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 2% Ag/ZnO.

En la fig. 45 se muestra el análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 3% Ag/ZnO, en la cual como se puede observar las señales características del ZnO se encuentran en 31.8, 34.4, 36.3, 47.6, 56.7, 62.9, 66.5, 68.1, 69.2, 72.7, y 77.1. En tanto, las señales características de Ag^{+1} se encuentran en 38.2, 44.3, 64.4, y 77.4.

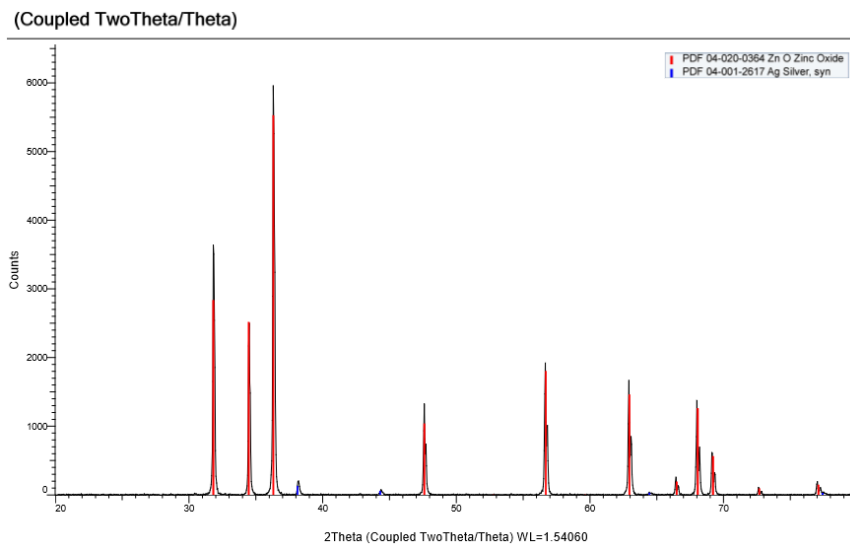


Figura 45. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 3% Ag/ZnO.

En la fig. 46 se muestra el análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 4% Ag/ZnO, en la cual como se puede observar las señales características del ZnO se encuentran en 31.8, 34.4, 36.3, 47.6, 52.8, 56.7, 59.7, 62.9, 66.5, 68.1, 69.2, 72.7, y 77.1. En tanto, las señales características de Ag^+ se encuentran en 38.1, 44.3, 64.4, y 77.4.

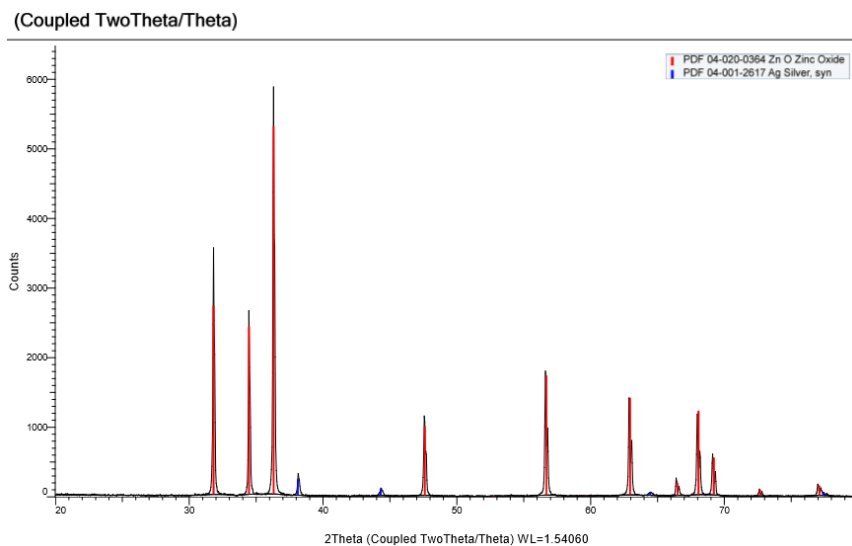


Figura 46. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 4% Ag/ZnO.

En la fig. 47 se muestra el análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 5% Ag/ZnO, en la cual como se puede observar las señales características del ZnO se encuentran en 31.8, 34.4, 36.3, 47.6, 52.8, 56.7, 59.7, 62.9, 66.5, 68.1, 69.2, 72.7, y 77.1. En tanto, las señales características de Ag^+ se encuentran en 38.1, 44.3, 64.4, y 77.4.

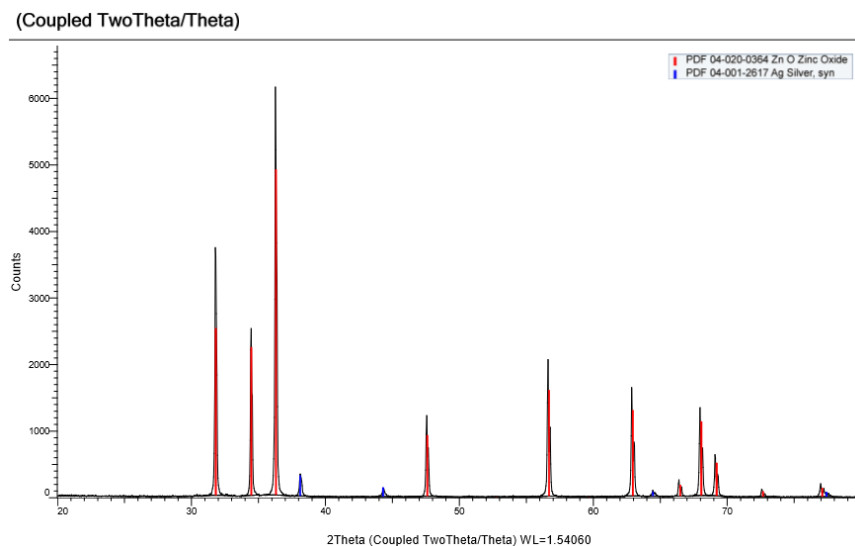


Figura 47. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador preparado por el método de impregnación al 5% Ag/ZnO.

En la fig. 48 se muestra el análisis por Difracción de Rayos X del catalizador reducido al 1% Ag/ZnO, en la cual como se puede observar las señales características del ZnO se encuentran en 31.8, 34.4, 36.3, 47.6, 52.8, 56.7, 59.6, 62.9, 66.5, 68.1, 69.2, 72.7, y 77.1. En tanto, las señales características de Ag⁰ se encuentran en 38.8, 44.1, 64.7, y 78.3.

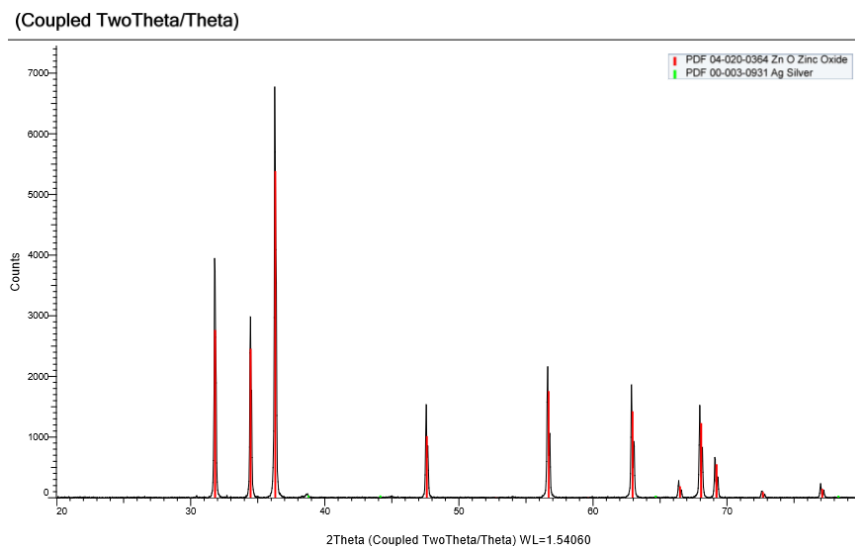


Figura 48. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador reducido al 1% Ag/ZnO.

En la fig. 49 se muestra el análisis por Difracción de Rayos X del catalizador reducido al 3% Ag/ZnO, en la cual como se puede observar las señales características del ZnO se encuentran en 31.8, 34.4, 36.3, 47.6, 52.8, 56.7, 59.6, 62.9, 66.5, 68.1, 69.2, 72.7, y 77.1. En tanto, las señales características de Ag^+ se encuentran en 38.1, 44.2, 64.4, y 77.4. Y, las señales características de Ag^0 se encuentran en 38.8, 44.1, 64.7, y 78.3.

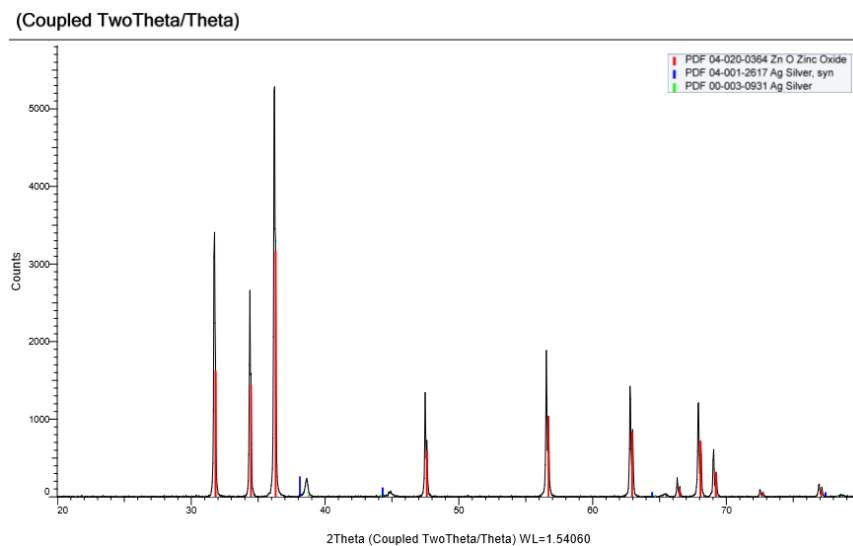


Figura 49. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador reducido al 3% Ag/ZnO.

En la fig. 50 se muestra el análisis por Difracción de Rayos X del catalizador reducido al 5% Ag/ZnO, en la cual como se puede observar las señales características del ZnO se encuentran en 31.8, 34.4, 36.3, 47.6, 52.8, 56.7, 59.6, 62.9, 66.5, 68.1, 69.2, 72.7, y 77.1. En tanto, las señales características de Ag^{+1} se encuentran en 38.1, 44.2, 64.4, y 77.4. Y, las señales características de Ag^0 se encuentran en 38.8, 44.1, 64.7, y 78.3.

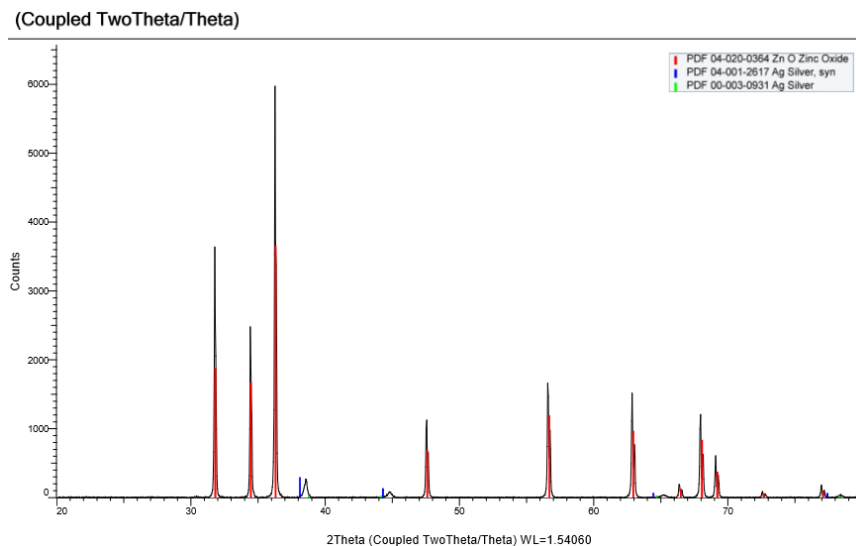


Figura 50. Análisis por Difracción de Rayos X del catalizador reducido al 5% Ag/ZnO.

CONCLUSIONES

La industria textil sin duda alguna, ha tenido un gran crecimiento en los últimos años, sin embargo, esta ha generado aguas residuales dañinas al ecosistema, las cuales contienen contaminantes asociados a los procesos que se llevan a cabo en este tipo de industria. Dentro de los procesos de esta, durante el teñido se consume más agua, y posteriormente los colorantes utilizados se vierten al vital líquido debido a las ineficiencias del mismo.

Se debe convertir en un gran reto ambiental la eliminación de los colorantes en los efluentes de la industria textil, debido a que es de suma importancia lograr la optimización de los procesos existentes, así como el desarrollo de nuevas tecnologías amigables con el medio ambiente.

Es necesario aplicar los avances de tratamiento de aguas residuales convencionales para eliminar el color, de igual forma, se debe saber que es posible reutilizar las aguas tratadas en algunos puntos del proceso.

Actualmente, existe una gran variedad de métodos para la decoloración de aguas residuales, por ejemplo, procesos físicos como lo son la filtración o la adsorción, o bien por medio de procesos químicos (fotoquímicos, oxidación, electroquímicos, entre otros), así como por medio de sistemas biológicos.

Para fines de la elección del método a utilizar, se debe considerar la caracterización del efluente, el uso que se le dará al agua residual, los costos, los tipos de colorantes, entre otros aspectos.

El haber utilizado el catalizador de Ag soportado en ZnO, y haberlo empleado como fotocatalizador en la degradación de la solución de naranja de metilo en presencia de luz ultravioleta, en el presente trabajo de investigación, fue un factor primordial para poderlo llevar a cabo, debido a que la parte teórica de este, se encuentra en la fotocatálisis de semiconductores, así como en el principio y mecanismo que rige el funcionamiento de las reacciones químicas dentro de este proceso.

El sistema fotocatalítico que se acondicionó, funcionó de manera estable, y dio resultados efectivos al llevar a cabo la degradación de naranja de metilo.

Se prepararon por el método de impregnación catalizadores de Ag/ZnO al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5%; los cuales presentaron un buen rendimiento.

Se caracterizaron los catalizadores obtenidos por el método de impregnación, y los catalizadores reducidos, por medio de un estudio de Espectroscopía UV-Vis, y por un análisis de Difracción de Rayos X, con lo cual se obtuvo que los catalizadores de Ag soportados en ZnO y reducidos en flujo de N₂ al 1%, 3%, y 5%, presentaron mayor actividad fotocatalítica en el menor tiempo con respecto a los catalizadores de Ag calcinados en flujo de aire al 1%, 2%, 3%, 4%, y 5%. Cabe mencionar que el catalizador reducido al 3% Ag/ZnO presentó el mejor rendimiento, debido a que degradó la solución de naranja de metilo en el menor tiempo y con mayor eficacia.

Se llegó a pensar que los catalizadores con mejor capacidad para degradar, y en menor tiempo serían aquellos que tenían mayor concentración de Ag, es decir el de 5% Ag/ZnO preparado por el método de impregnación, o bien, el catalizador reducido al 5% Ag/ZnO, sin embargo, no fue de esta forma, porque

como se mencionó anteriormente el que funcionó mejor fue el catalizador reducido al 3% Ag/ZnO, por lo tanto, se concluye que una molécula formada por un catalizador y un soporte puede llegar a saturarse de cierto compuesto que la haga propensa a disminuir su capacidad de movilidad, refiriéndose en términos de electrones, es por ello que se obtuvo un catalizador con menor porcentaje de concentración, al que se tenía pensado.

Finalmente, hacer mención, con respecto a que la fotocatalisis heterogénea seguirá requiriendo de innovación para la formación de fotocatalizadores que mejoren la calidad del agua y aguas residuales, siendo de esta forma que la industria textil, al descargar sus desechos no contaminen el medio ambiente.

REFERENCIAS

AGUIRRE, A. (29 de Enero de 2018). Espectroscopía UV-Vis. 1-3. Barcelona, España: MSR.

ANJANEYULU, Y., SHEEDHARA CHARY, N., & SUMAN RAJ. (11 de Mayo de 2005). Discoloration of industrial effluents. Available methods and emerging technologies. 245-273. Astaná, República de Kazajstán: TECHNOL.

BANDALA, E. R., CORONA VÁSQUEZ, B., GUI SAR, R., & USSANGA, M. (10 de Octubre de 2007). Aplicación de procesos avanzados de oxidación en la desactivación secuencial de microorganismos resistentes en agua. 54-55. Puebla, México: RG.

BECERRIL BRAVO, J. E. (10 de Agosto de 2009). Contaminantes emergentes en el agua. 1-2. Ciudad de México, México: RDU.

DAFNOPATIDOU, E. K., & LAZARIDIS, N. K. (27 de Junio de 2008). Dyes removal from simulated and industrial textile effluents by dissolved-air and dispered-air flotation techniques. 5594-5601. Tesalónica, Grecia: I&EC.

DONG, C., ZHONG, M., HUANG, T., MA, M., WORTMANN, D., BRAJDIC, M., & KELBASSA, I. (26 de Octubre de 2011). Photodegradation of methyl orange under visible light by micro-nano hierarchical Cu₂O structure fabricated by hybrid laser processing and chemical dealloying. 4332-4338. Hannover, Alemania: ACS APPLIED MATERIALS & INTERFACES.

ESCOLANO, R. (02 de Marzo de 2011). Descontaminan agua residual de la industria textil aislando bacterias. 1-2. Jericó, Antioquia: INPRESS.

GUARÍN LLANES, C. Y., & MERA BENAVIDES, A. C. (5 de Octubre de 2011). Fotocatálisis heterogénea con TiO₂ para el tratamiento de desechos líquidos con presencia del indicador verde de bromocresol. 81-82. Medellín, Colombia: IUM.

HE, Z., QUE, W., CHEN, J., YIN, X., HE, Y., & REN, J. (13 de Noviembre de 2012). Photocatalytic degradation of methyl orange over nitrogen-fluorine codoped TiO₂ nanobelts prepared by solvothermal synthesis. 6816-6826. Shaanxi, República Popular China: ACS APPLIED MATERIALS & INTERFACES.

KISLOV, N., LAHIRI, J., VERMA, H., YOGI GOSWAMI, D., STEFANAKOS, E., & BATZILL, M. (5 de Febrero de 2009). Photocatalytic degradation of methyl orange over single crystalline ZnO: orientation dependence of photoactivity and photostability of ZnO. 3310-3315. Tampa, Florida: ACS APPLIED MATERIALS & INTERFACES.

LIAO, J., LIN, S., ZHANG, L., PAN, N. Q., CAO, X., & LI, J. (25 de Noviembre de 2011). Photocatalytic degradation of methyl orange using a TiO₂/Ti mesh

electrode with 3D nanotube arrays. 171-177. Hainan, República Popular China: ACS APPLIED MATERIALS & INTERFACES.

MING, G., CHANGSHENG, G., XINGWANG, Z., LILI, M., ZHENAN, H., WEI, H., & YUQIU, W. (10 de Julio de 2009). Photocatalytic degradation of methyl orange using ZnO/TiO₂ composites. 271-280. Shenyang, República Popular China: SPRINGER.

PAPADAKI, D. (13 de Diciembre de 2017). What is photocatalysis and how does it work?. 1-2. Atena, Grecia: BU.

PETRELLA, A., PETRELLA, M., BOGHETICH, G., MASTRORILLI, P., PETRUZZELLI, V., RANIERI, E., & PETRUZZELLI, D. (13 de Enero de 2013). Laboratory scale unit for photocatalytic removal of organic micropollutants from water and wastewater. Methyl orange degradation. 2201-2208. Bari, Italia: I&EC.

R., S., & A., S. (25 de Agosto de 2017). Basic principles, mechanism, and challenges of photocatalysis. 25-26. Santiago, Chile: SPRINGER.

SANZ TEJEDOR, A. (8 de Noviembre de 2017). La industria de los colorantes y pigmentos. 1-5. Barcelona, España: O&I.

SEGOB. (18 de Octubre de 1993). Norma oficial mexicana NOM-CCA-014-ECOL/1993. 1-4. Ciudad de México, Estados Unidos Mexicanos: DOF.

YANG, Y., WANG, G., DENG, Q., NG, D. H., & ZHAO, H. (15 de Enero de 2014). Microwave-assisted fabrication of nanoparticulate TiO₂ microspheres for synergistic photocatalytic removal of Cr(VI) and methyl orange. 3008-3015. Shijiazhuang, República Popular China: ACS APPLIED MATERIALS & INTERFACES.

YANG, Y., ZHANG, H., LEE, S., KIM, D., HWANG, W., & LIN WANG, Z. (16 de Enero de 2013). Hybrid energy cell for degradation of methyl orange by self-powered electrocatalytic oxidation. 803-808. Ulsan, Corea del Sur: NANO LETTERS.