

**EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA DE PELÍCULAS DE
ILMENITA PARA LA DEGRADACIÓN DE H₂S.**

**DIANA CATALINA GONZÁLEZ FREIRE
LINA MARÍA NAISA DÍAZ**

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.
2018**

**EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA DE PELÍCULAS DE
ILMENITA PARA LA DEGRADACIÓN DE H₂S.**

**DIANA CATALINA GONZÁLEZ FREIRE
LINA MARÍA NAISA DÍAZ**

**Proyecto integral de grado para optar el título de
INGENIERO QUÍMICO**

**Director
Dr. Sc. César Augusto Quiñones Segura
Químico**

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.
2018**

Nota de aceptación (Dirección de Investigaciones)

Firma Docente Investigador

Firma Docente Jurado 1

Firma Docente Jurado 2

Bogotá D.C., Marzo de 2018

DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. JAIME POSADA DÍAS

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos

Dr. LUIS JAIME POSADA GARCÍA-PEÑA

Vicerrectora Académica y de Posgrados

Dra. ANA JOSEFA HERRERA VARGAS

Secretario General

Dr. JUAN CARLOS POSADA GARCÍA-PEÑA

Decano General de la Facultad de Ingenierías

Ing. JULIO CÉSAR FUENTES ARISMENDI

Director de Investigaciones

Ing. ARMANDO FERNÁNDEZ CÁRDENAS

Director del Departamento de Ingeniería Química

Ing. LEONARDO DE JESÚS HERRERA GUTIÉRREZ

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

Dedico este trabajo a Dios por permitirme llegar hasta esta nueva etapa de mi vida, a mis padres por ser mi apoyo incondicional, que con su esfuerzo y dedicación hicieron que esto fuera posible. A mi abuelita que me acompaña desde el cielo, este logro es para ti angelito mío.

Diana Catalina González Freire.

Este trabajo va dedicado a dios y a mis padres Nubia Stella Díaz López y Luis Alberto Naisa que con su esfuerzo, dedicación y cariño han logrado convertirme en una profesional, gracias por tanto y este trabajo es para ustedes.

Lina María Naisa Díaz.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios por ser el guía en mi destino de vida, por darme la bendición y oportunidad de cumplir mis metas.

Gracias a mis papás Olga Jeanneth Freire y Henry González, por darlo todo por mí, llenarme de los principios y valores necesarios para hacer de mí una gran mujer, gracias por corregirme y por la educación brindada. Todos mis logros y sacrificios son por ustedes y para ustedes, es para mí una bendición tenerlos en mi vida, a ustedes toda mi admiración.

A María Josefa Tibaduiza, mi ser de luz, mi inspiración, a ti por enseñarme la verraquera de ser mujer y luchar por lo que uno quiere, son infinitos los agradecimientos por haberte preocupado siempre por mí y haber velado por mi bienestar. Eres y serás mi mayor orgullo angelito mío, me hubiera gustado que estuvieras presente así como algún día lo soñé, mis triunfos siempre estarán ligados a ti.

Gracias a mi gordo por llenarme de mucho amor, felicidad, fidelidad y lealtad. A mis hermanos, por ser mi apoyo incondicional, por darme ánimos y fuerzas para continuar con todo lo que me propongo en la vida, gracias por darme el mejor regalo, ser tía.

Gracias a mi compañero de vida, por ser quien estuvo presente en la culminación de mi carrera profesional, por darme ánimos para continuar en los momentos más difíciles, por querer lo mejor para mi vida y por sentirse orgulloso de mi, gracias infinitas.

Gracias a mi director, el Dr. Sc. Cesar Augusto Quiñones Segura por darme la oportunidad de pertenecer al grupo de Investigación de Materiales Fotoactivos, por su dedicación y compromiso con este proyecto. Por todos los consejos que me ayudaron a crecer más como persona en mi vida profesional, muchas gracias por sus enseñanzas.

Por último, gracias a mis compañeros del Grupo de Materiales Fotoactivos por su colaboración incondicional, por hacer parte de esta experiencia tan bonita y hacer posible cumplir con este satisfactorio proyecto, en especial a Lina Naisa y Jeisson Beleño.

Diana Catalina González Freire.

AGRADECIMIENTOS

A Dios por bendecirme y poner en mi destino la grandiosa oportunidad de una formación educativa superior y convertirme en una profesional.

A mis padres Nubia Stella Díaz López y Luis Alberto Naisa por ser quienes me han apoyado incondicionalmente, han velado siempre por mi bienestar, me han dado un buen ejemplo y han hecho de mí la persona que soy y lo más importante me han dado a mis hermanos.

A mis hermanos Laura Vanessa Naisa Díaz y Juan José Naisa Díaz por brindarme un amor único, ser el motor de mi vida, la alegría del hogar y el apoyo incondicional pase lo que pase.

Al Dr.Sc. Cesar Augusto Quiñones Segura por permitirme pertenecer al Grupo de investigación de materiales fotoactivos, por su apoyo y compromiso para el desarrollo de este trabajo.

Finalmente al grupo de investigación Materiales Fotoactivos por su colaboración en el desarrollo de este trabajo, especialmente a Diana González y Jeison Andrés Beleño.

Lina María Naisa Díaz.

CONTENIDO

| | pág. |
|---|------|
| INTRODUCCIÓN | 20 |
| OBJETIVOS | 21 |
| 1. FUNDAMENTOS TEORICOS | 22 |
| 1.1 PROCESOS AVANZADOS DE OXIDACIÓN | 22 |
| 1.2 FOTOCATÁLISIS HETEROGÉNEA | 22 |
| 1.3 ILMENITA | 24 |
| 1.4 SOPORTE DE ILMENITA | 26 |
| 1.4.1 Método de adhesión. | 26 |
| 1.4.2 Método de agente ligante | 26 |
| 1.5 SULFURO DE HIDRÓGENO | 27 |
| 1.6 LABORATORY VIRTUAL INSTRUMENT ENGINEERING WORKBENCH (LabVIEW) | 27 |
| 1.6.1 Sensor de H ₂ S | 28 |
| 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL | 30 |
| 2.1 EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA DE ILMENITA SIN MODIFICAR Y MODIFICADA QUÍMICA Y TÉRMICAMENTE | 31 |
| 2.1.1 Tamizado | 31 |
| 2.1.2 Modificación de la Ilmenita | 31 |
| 2.1.3 Evaluación de la actividad fotocatalítica de la ilmenita sin modificar y modificada en la degradación de AM | 32 |
| 2.1.4 Prueba de adherencia de las películas | 35 |
| 2.1.5 Prueba de adsorción de las películas | 35 |
| 2.2 SOPORTE DE LA ILMENITA PARA LA DEGRADACIÓN DE H ₂ S | 36 |
| 2.2.2 Selección del método de fijación | 36 |
| 2.3 CARACTERIZACIÓN DE LOS DEPÓSITOS DE ILMENITA | 37 |
| 2.4 ADECUACIÓN DE LA CÁMARA DE CORROSIÓN Y DISPOSITIVO FOTOCATALÍTICO | 37 |

| | |
|---|----|
| 2.4.1 Adecuación cámara de corrosión | 37 |
| 2.2.2 Adecuación del dispositivo fotocatalítico | 39 |
| 2.2.3 Construcción del dispositivo fotocatalítico | 39 |
| 2.5 DEGRADACIÓN DE H ₂ S GASEOSO EN LA CÁMARA DE CORROSIÓN..... | 42 |
| 2.5.1 Obtención del sulfuro de hidrógeno (H ₂ S) | 42 |
| | |
| 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS | 44 |
| 3.1 TAMIZADO ILMENITA | 44 |
| 3.2 PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO DE LAS PELICULAS CON AM | 45 |
| 3.2.1 Evaluación de la degradación de AM usando películas de ilmenita sin modificar y modificada usando radiación UV | 45 |
| 3.2.2 Evaluación de la degradación de AM usando películas de ilmenita sin modificar y modificada usando radiación visible | 46 |
| 3.2.3 Resultados de la prueba de adherencia | 48 |
| 3.2.4 Resultado de la prueba de adsorción | 48 |
| 3.3. SOPORTE DE ILMENITA EN LOS DIFERENTES MATERIALES | 49 |
| 3.4. PRUEBAS DE ADHERENCIA DE LAS PELICULAS | 50 |
| 3.5 PRUEBA DE FUGA DE LA CÁMARA DE CORROSIÓN | 50 |
| 3.6 PRUEBAS DE DEGRADACIÓN DE H ₂ S | 51 |
| 3.6.1 Madera. | 51 |
| 3.6.2 Acetato. | 51 |
| 3.6.3 Vinilo. | 52 |
| 3.6.4 Acero. | 52 |
| 3.7 MATRIZ DE SELECCIÓN | 53 |
| 3.8 CARACTERIZACIONES DE LOS SOPORTES | 54 |
| 4. CONCLUSIONES | 59 |
| 5. RECOMENDACIONES | 60 |
| BIBLIOGRAFÍA | 61 |
| ANEXOS | 67 |

LISTA DE FIGURAS

| | pág. |
|---|-------------|
| Figura 1. Esquema de la fotocatalisis heterogénea | 23 |
| Figura 2. Esquema de las partes de un sistema de adquisición de datos | 28 |
| Figura 3. Actividades del proyecto de investigación | 30 |
| Figura 4. Proceso de tamizado | 31 |
| Figura 5. Proceso de modificación química | 32 |
| Figura 6. Montaje de degradación de AM | 35 |
| Figura 7. Esquema de la cámara de corrosión | 38 |
| Figura 8. Esquema de la tapa de la cámara de corrosión | 39 |
| Figura 9. Panel frontal software | 40 |
| Figura 10. Circuito impreso | 41 |
| Figura 11. Resultado ilmenita soportada en tela granité | 49 |
| Figura 12. Resultado soporte vinilo | 55 |
| Figura 13. Resultado soporte acero | 55 |
| Figura 14. Resultado soporte madera | 55 |
| Figura 15. Difraccion de rayos X madera | 56 |
| Figura 16. Difraccion de rayos X vinilo | 56 |
| Figura 17. Difraccion de rayos X acetato | 57 |
| Figura 18. Difraccion de rayos X acero | 58 |

LISTA DE TABLAS

| | pág. |
|---|-------------|
| Tabla 1. Composición química de la ilmenita | 24 |
| Tabla 2. Propiedades físicas y químicas de la ilmenita | 25 |
| Tabla 3. Especificaciones del sensor | 29 |
| Tabla 4. Datos curva de calibración | 33 |
| Tabla 5. Medidas del soporte | 38 |
| Tabla 6. Medidas del dispositivo fotocatalítico | 39 |
| Tabla 7. Datos para la obtención del sulfuro de hidrógeno | 42 |
| Tabla 8. Resultados del tamizado | 44 |
| Tabla 9. Masa de las películas sin modificar | 46 |
| Tabla 10. Porcentaje de desprendimiento del mineral | 50 |
| Tabla 11. Evaluación cualitativa | 53 |

LISTA DE GRÁFICAS

| | pág. |
|--|-------------|
| Gráfica 1. Curva de calibración para AM | 34 |
| Gráfica 2. Degradación de AM con ilmenita sin modificar en radiación UV | 45 |
| Gráfica 3. Degradación de AM con ilmenita modificada térmicamente en radiación UV | 45 |
| Gráfica 4. Degradación de AM con ilmenita modificada químicamente en radiación UV | 46 |
| Gráfica 5. Degradación de AM con ilmenita sin modificar en radiación VIS | 47 |
| Gráfica 6. Degradación de AM con ilmenita modificada térmicamente en radiación VIS | 47 |
| Gráfica 7. Degradación de AM con ilmenita modificada químicamente en radiación VIS | 47 |
| Gráfica 8. Prueba de adsorción de películas de acetato con AM | 49 |
| Gráfica 9. Prueba de fuga de la cámara de corrosión | 50 |
| Gráfica 10. Degradación de H ₂ S en madera | 51 |
| Gráfica 11. Degradación de H ₂ S en acetato | 51 |
| Gráfica 12. Degradación de H ₂ S en vinilo | 52 |
| Gráfica 13. Degradación de H ₂ S en acero | 53 |

LISTA DE ECUACIONES

| | pág. |
|--|-------------|
| Ecuación 1. Evaluación de volumen | 42 |
| Ecuación 2. Evaluación de densidad | 42 |
| Ecuación 3. Evaluación de concentración de p.p.m | 43 |
| Ecuación 4. Porcentaje de ilmenita | 44 |
| Ecuación 5. Evaluación cuantitativa de selección | 54 |

LISTA DE ANEXOS

| | pág. |
|---|-------------|
| Anexo A. Sensor 65-2424RK. | 68 |
| Anexo B. Sensor MQ-136. | 71 |
| Anexo C. Proceso del método de fijación de adhesión | 72 |
| Anexo D. Proceso del método de agente ligante | 73 |
| Anexo E. Plano de la cámara de corrosión | 74 |
| Anexo F. Plano de la tapa de la cámara de corrosión | 75 |
| Anexo G. Esquema cámara de corrosión | 76 |
| Anexo H. Circuito eléctrico | 77 |

SIMBOLOGÍA

| | |
|------------------|----------------------------------|
| AM | Azul de metileno |
| cm | Centímetros |
| g | Gramos |
| H ₂ S | Sulfuro de hidrógeno |
| IMQ | Ilmenita modificada químicamente |
| IMT | Ilmenita modificada térmicamente |
| ISM | Ilmenita sin modificar |
| min | Minutos |
| mL | Mililitros |
| ppm | Partes por millón |
| TiO ₂ | Dióxido de titanio |
| UV | Luz ultravioleta |
| VIS | Luz visible |

GLOSARIO

ADQUISICIÓN DE DATOS: proceso empleado para la recopilación de información de un fenómeno, bien sea eléctrico o físico para su posterior análisis o manipulación.

BANDA DE CONDUCCIÓN: es el espacio por donde los electrones presentan poca o nula atracción hacia su átomo, permitiéndole moverse libremente hacia otros átomos.

BANDA DE VALENCIA: es la banda con mayor nivel energético que se encuentra ocupada por electrones.

BANDA GAP: también llamada banda prohibida, se refiere al espacio situado entre la banda de valencia y la banda de conducción, la cual permite el paso de electrones de una banda a otra.

CATALIZADOR: sustancia que aporta a una reacción química, bien sea disminuyendo su tiempo de reacción o disminuyendo la energía necesaria para que pueda ocurrir la ecuación.

FOTORREACTOR: equipo en el cual se lleva a cabo una reacción química, apoyada en el uso de luz.

ILMENITA: es un mineral catalizador con propiedades fotoactivas importantes, de bajo costo, y principal fuente del dióxido de titanio.

LabVIEW: (acrónimo de Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench) es un entorno de lenguaje de programación gráfico que sirve para la creación de aplicaciones tales como la adquisición de datos, control y automatización de sistemas; entre otros.

SEMICONDUCTOR: material cuya característica de conducción eléctrica, puede variar bajo ciertas características específicas del entorno, se pueden comportar como materiales conductores o aislantes.

SENSOR: dispositivo capaz de detectar y transformar una señal en otra, midiendo así una variable física o química de interés.

SOPORTE: es el material en el cual se deposita la fase activa con el fin de presentar grandes áreas superficiales para un mejor desempeño del catalizador.

SULFURO DE HIDROGENO: (H_2S) gas incoloro, inflamable, tóxico, más denso que el aire y soluble en agua.

RESUMEN

El sulfuro de hidrógeno es un gas altamente tóxico, causante de daños potenciales a la salud humana debido a su umbral de olor de 0,005 ppm de acuerdo con la legislación colombiana vigente. Un ejemplo claro de este problema son las muertes presentadas a causa de su exposición en refinerías petroleras y plantas de tratamiento de aguas.

En el presente proyecto, se realizó la degradación sulfuro de hidrógeno en fase gaseosa por medio de uso del semiconductor ilmenita. Para lograr esto se llevó a cabo una comparación de películas de ilmenita modificada y sin modificar, el resultado de esta prueba demuestra que presenta mayor actividad fotocatalítica la ilmenita sin ningún tipo de modificación con un porcentaje de remoción de 85,57% en radiación UV y del 79,83% en radiación visible.

Posteriormente se soportó el mineral en acetato, acero, vinilo, tela granité y madera en donde la tela no mostró un buen resultado de adherencia, luego se adecuó el dispositivo fotocatalítico de la cámara de corrosión del grupo de investigación Materiales Fotoactivos y se añadió un ventilador de 12 V dentro de esta, para realizar el seguimiento en línea de la degradación del H₂S.

Finalmente se cuantificó el porcentaje de degradación de H₂S con cada material y se llegó a la conclusión que el más apto para el proceso de la fotocatalisis heterogénea es la madera ya que obtuvo una remoción del 96,16%, este material se escogió por medio de una matriz de selección en la que se tuvo en cuenta la actividad fotocatalítica, adherencia, uniformidad, precio y accesibilidad.

Palabras clave: Fotocatálisis, Ilmenita, H₂S, soporte, adquisición de datos.

INTRODUCCIÓN

La contaminación por olores causa daño al ambiental y a la salud humana. Los compuestos sulfurosos son los principales contaminantes atmosféricos incluyendo el sulfuro de hidrógeno (H_2S) el cuál tiene un límite de exposición de 20 ppm¹. Debido a su bajo umbral del olor (0.005 ppm)² es poco detectable lo que lo hace aún más peligroso³, los daños potenciales causados por la lluvia ácida, el calentamiento global y su ataque corrosivo hace que sea un gas deseable para eliminar de las fuentes de contaminación.

Algunos procesos convencionales se han desarrollado para degradarlo, los cuales incluyen la adsorción, depuración química y biológica⁴⁵. Sin embargo, hay varias limitaciones para el uso de los anteriores métodos como lo son el costo y el tiempo. Respecto a esto se ha aplicado ampliamente el control de la contaminación ambiental con el uso de procesos avanzados de oxidación siendo la fotocatalisis heterogénea una alternativa económica y viable para este problema.

El grupo de Investigación Materiales Fotoactivos de la Universidad de América utiliza semiconductores en el proceso de fotocatalisis heterogénea para llevar a cabo la degradación de contaminantes en fase gaseosa como lo es el H_2S . Se ve la necesidad de diseñar un dispositivo fotocatalítico que permita disminuir la concentración de dicho contaminante, para el seguimiento en línea de la degradación de sulfuro de hidrógeno y control de los actuadores se hizo uso de una herramienta confiable como lo es un software diseñado en LabVIEW para continuar con la línea de investigación de fotorreactores y software.

¹ AGENCY OF TOXIC SUBSTANCES AND DISEASE REGISTRY. Hydrogen Sulfide-ToxFAQs. (CAS No.7783-06-4). Atlanta, Georgia, 2014, p. 1-2.

² RESOLUCION 0610, Diario oficial del congreso de la republica, Bogota, Colombia, 24 de marzo de 2010.

³ KANJANARONG, Jarupat, et al. Removal of hydrogen sulfide generated during anaerobic treatment of sulfate-laden wastewater using biochar: Evaluation of efficiency and Mechanisms. En: Bioresource Technology. 2017, vol. 234, p. 115-121

⁴ FENG, Yu, et al. Evaluation of the cycling performance of a sorbent for H_2S removal and simulation of desulfurization-regeneration processes. En: Chemical Engineering Journal. 2017, vol. 236, p. 1255-1265

⁵ AGUILERA, Pedro and GUTIERREZ, Francisco. High performance regenerative adsorption of hydrogen sulfide from biogás on thermally-treated sewage-sludge. En: Fuel Processing Technology. 2016, vol. 145, p. 148-156

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar la actividad fotocatalítica de películas de ilmenita para la degradación de H₂S en fase gaseosa.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar el soporte y método de fijación que mejor se ajuste a la ilmenita.
- Caracterizar los depósitos de ilmenita en los soportes seleccionados.
- Fabricar un dispositivo que se ajuste a la cámara de corrosión del grupo de investigación de materiales fotoactivos.
- Comparar el porcentaje de degradación de H₂S en fase gaseosa de acuerdo a los soportes seleccionados.

1. FUNDAMENTOS TEORICOS

1.1 PROCESOS AVANZADOS DE OXIDACIÓN

Los procesos avanzados de oxidación (PAO_s) están basados en la acción del radical hidroxilo producido por diferentes combinaciones entre oxidantes y catalizadores las cuales desencadenan una serie de reacciones de degradación oxidativa que pueden conducir a la completa mineralización de los contaminantes⁶⁷. Dentro de estos procesos de oxidación se encuentra la fotocátalisis heterogénea⁸.

1.2 FOTOCATÁLISIS HETEROGÉNEA

Este mecanismo se conoce ya que tienen aplicaciones energéticas⁹ y ambientales en descontaminación del aire¹⁰, remediación ambiental¹¹, tratamiento de agua¹², elimina compuestos orgánicos persistentes y microorganismos en el agua¹³, favorece la inactivación de células cancerígenas y bacterias patógenas¹⁴, así como la descontaminación del aire¹⁵ en condiciones ambientales usando solo la luz del sol¹⁶.

⁶ BOCZKAJ,Grzegorz y FERNANDES,André. Wastewater treatment by means of advanced oxidation processes at basic pH conditions: A review. En: Chemical Engineering Journal. 2017, vol. 320, p. 608-633

⁷ GOMES,Oswaldo; WALDOMIRO,Borges; ANTONIO,Machado. Optimization of fipronil degradation by heterogeneous photocatalysis:Identification of transformation products and toxicity assessment. En: Water Research.2017, vol 110, p. 133-140

⁸ DEWIL, Raf; MANTZAVINOS, Dionissios; POULIOS, Ioannis; RODRIGO, Manuel. New perspectives for advances oxidation processes. En: Journal of Environmental Management. 2017, vol 195, p.93-99.

⁹ NAKATA,Kazuya y FUJISHIMA,Akira. TiO₂ photocatalysis: Design and applications. En: Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews. 9. vol. 13, no. 3, p. 169-189

¹⁰ TOKODE,Oluwatosin; PRABHU,Radhakrishna; LAWTON,Linda y ROBERTSON,Peter. A photocatalytic impeller reactor for gas phase heterogéneos photocatalysis. En: Journal of Environmental Chemical Engineering. 2017, vol. 5, p. 3942-3948

¹¹BAHNEANN, Detlef; MENDIVE, Cecilia. Mechanisms in Heterogeneous Photocatalysis: Titania under UV and Visible Light Illumination. En: Encyclopedia of Materials: Science and Technology. 2017, vol. 2, p.1-5.

¹² PELAEZ,Miguel, et al. A review on the visible light active titanium dioxide photocatalysts for environmental applications. En: Applied Catalysis B: Environmental. 2012, vol. 15, p. 331-349

¹³ CHONG,Meng Nan; JIN,Bo; CHOW,Christopher y SAINT,Chris. Recent developments in photocatalytic wáter treatment technology: A review. En: Water Research. 2010, vol. 44, p. 2997-3027

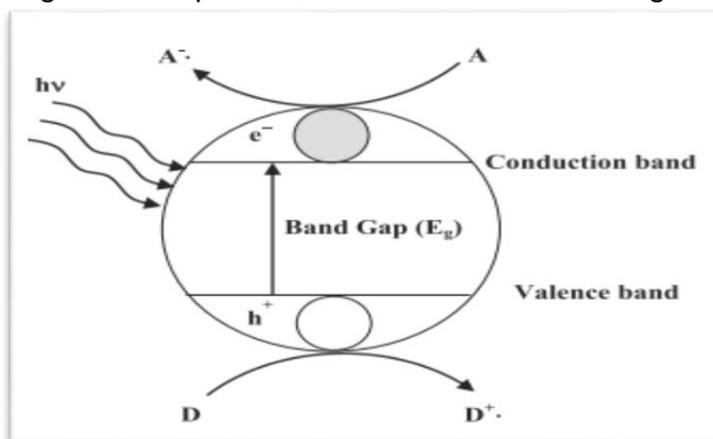
¹⁴ GEORGE,Robin, et al. Environmentally being TiO₂ nanomaterials for removal of heavy metal ions with interfering ions present in tap wáter. En: Materialstoday Proceedings. vol. 3, no. 2, p. 162-166

¹⁵ JIN,Xiaoli, et al. Bismuth-rich bismuth oxyhalides for environmental and energy photocatalysis. En: Coordination Chemistry Reviews. 2017, vol. 349, p. 84-101

¹⁶ SPELTINI,Andrea, et al. Evaluation of UV-A and solar light photocatalytic hydrogen gas evolution from olive mill wastewater. En: International Journal og Hydrogen Energy. 2015, vol. 40, p. 4303-4310

El proceso se inicia cuando el fotocatalizador es activado por la absorción de fotones de luz que tienen una energía igual o mayor que el BAND GAP del semiconductor utilizado, esto produce la excitación de un electrón de la banda de valencia a la banda de conducción, generando un hueco de carga positiva altamente reactivo, tanto el electrón como el hueco se transportan hacia la superficie del semiconductor donde reaccionan con el agua y oxígeno disuelto formando un radical hidroxilo (OH) altamente oxidante y superóxido reductivo (O_2^-), haciendo que reaccionen directamente con moléculas del contaminante absorbido.¹⁷¹⁸¹⁹²⁰. En la figura 1 se puede observar el esquema general del proceso.

Figura 1. Esquema de la Fotocatálisis Heterogénea



MOLINARI, Raffaele, et al. Review Photocatalytic membrane reactors for hydrogen production from water. En: International Journal of Hydrogen Energy. 2014, vol. 39, p. 7247-7261

Para poder llevar a cabo un proceso fotocatalítico en esta investigación se requiere de un semiconductor que en este caso será la ilmenita, de una fuente de luz visible, de una especie oxidante y del medio sobre el cual se va a aplicar la técnica que en el presente trabajo será en medio gaseoso.

¹⁷ YING SHAN, Ang; MOHD, Tinia. Immobilisation of titanium dioxide onto supporting materials in heterogeneous photocatalysis: A review. En: Applied Catalysis A: General. 2010, vol. 389, p. 1-8

¹⁸ FUJISHIMA, Akira; RAO, Tata N. y TRYK, Donald A. Titanium dioxide photocatalysis. En: Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews. vol. 1, no. 1, p. 1-21

¹⁹ BYRNE, Ciara; SUBRAMANIAN, Gokulakrishnan y PILLAI, Suresh. Recent advances in photocatalysis for environmental applications. En: Journal of Environmental Chemical Engineering. 2017, vol. 10 p.34-38.

²⁰ YE, Jinshao; LIU, Juan; LI, Chongshu; ZHOU, Pulin; WU, Shuang; Ou, Huase. Heterogeneous photocatalysis of tris(2-chloroethyl) phosphate by UV/TiO₂: Degradation products and impacts on bacterial proteome. En: Water Research, 2017, vol. 124, p. 29-38

1.3 ILMENITA

La ilmenita es un mineral no tóxico y altamente estable²¹, contiene óxido de hierro y titanio con la fórmula idealizada (FeTiO₃)²² y composición de 47,34% de FeO y el 52,66% de TiO₂²³, este se encuentra abundantemente en la corteza terrestre²⁴, es un semiconductor con un intervalo de band gap de (2.58 – 2.9 eV)²⁵, por lo que tiene potencial de aplicación en catalizadores químicos debido a que permite que se absorba la radiación visible y ultravioleta proveniente del sol^{26,27}.

La estructura de este mineral es similar a la de hematita pero con cierta distorsión en las capas de oxígeno²⁸. La ilmenita posee la siguiente composición química:

Tabla 1. Composición química de la Ilmenita

| Elemento | Composición (%) |
|------------------------------------|-----------------|
| Na₂O | 0.2 |
| MgO | 1.2 |
| Al₂O₃ | 1.0 |
| SiO₂ | 4.1 |
| P₂O₅ | 0.3 |
| SO₃ | < 0.1 |
| K₂O | 0.1 |
| CaO | 0.5 |
| TiO₂ | 47.3 |
| Cr₂O₃ | 0.1 |
| MnO | 0.5 |
| Fe₂O₃ | 44.6 |
| ZrO | < 0.1 |

²¹ SIMPRADITPAN, Athapon. Effect of calcination temperature on structural and photocatalyst properties of nanofibers prepared from low-cost natural ilmenite mineral by simple hydrothermal method. En: Materials research bulletin. Mayo, 2013, vol. 48, p. 3211-3217

²² CHEN, Pan; ZHAI, Jihua; SUN, Wei; HU, Yuehua; YIN Zhigang; LAI, Xiangsheng. Adsorption mechanism of lead ions at ilmenite/water interface and its influence on ilmenite flotability. En: Journal of Industrial and Engineering Chemistry. 2017, vol: 53, p. 285-293.

²³ ORTIZ, Diogenes. Distribuidores de ilmenita. [Print(0)]. [Consultado el noviembre/152017]. Disponible en: <http://distribuidoresdeilmenita.com/>

²⁴ A.M, Al-Sabagh, et al. Influence of ilmenite ore particles as pigment on the anticorrosión and mechanical performance properties of polyamine cured epoxy for internal coating of gas transmission pipelines. En: Egyptian Journal of Petroleum. 2017, no. 1

²⁵ ZHANG, Xiaobo, et al. Shape controlled FeTiO₃ nanostructures: Crystal facet and photocatalytic property. En: Journal of Alloys and Compounds. 12/25. vol. 653, p. 619-623

²⁶ CHEN, Y.H; Synthesis, characterization and dye adsorption of ilmenite nanoparticles. En: Journal of Non-Crystalline Solids. 2011, vol. 357, p. 136-139

²⁷ KALANTARI, Samira and EMTIAZI, Giti. Comparison of Ilmenite and Nano-Ilmenite for Dye Removal and Antibacterial Activities. En: Journal of Nanosciences: Current Research. 2016, vol. 1

²⁸ TORRES, Juan, et al. Powders of iron (III)- doped titanium dioxide obtained by direct way from a natural ilmenite. En: Powder Technolgy. 2016, vol. 302, p. 254-260.

Tabla 1. (Continuación)

| Elemento | Composición (%) |
|------------------------------------|-----------------|
| ZrO₂ | 0.2 |
| Nb₂O₅ | < 0.1 |

ORTIZ,Diogenes. Distribuidores de ilmenita. [Print(0)]. [Consultado el noviembre/152017]. Disponible en: <http://distribuidoresdeilmenita.com/>

Este material suministra aproximadamente el 91% de la demanda mundial de minerales de titanio (Ti),^{29,30} Colombia tiene significativos depósitos de ilmenita en diferentes áreas del territorio nacional,³¹ tales como la región de la Orinoquia³², el Atlántico³³ y el sur del país. en este trabajo de grado el mineral es extraído de las minas de aluvión en Nariño.³⁴ Se tienen aplicaciones de ilmenita iluminada con luz visible, las cuales incluyen la degradación de contaminantes en el agua, degradación de fenol, mineralización de materia orgánica³⁵, circuitos integrados y aplicaciones ambientales de remediación.³⁶

Tabla 2. Propiedades físicas y químicas de la ilmenita.

| Propiedades Físicas |
|---|
| Color: Negro |
| Raya: Negra rojiza |
| Brillo: Metálico a submetálico |
| Dureza: De 5.5 a 6 |
| Densidad: 4.7 g/cm ³ |
| Óptica: Opaco, gris con pleocroísmo de gris rosado a pardo rojizo |

²⁹ BEDINGER,George. Titanium Mineral Concentrates. En: U.S. Geological Survey, Mineral Commodity Sumaries. 2013, vol 140, p. 172-173.

³⁰ ZHANG,Wensheng; ZHU,Zhaowu; CHENG,Chu Yong. A literatura review of titanium metallurgical processes. En: Hydrometallurgy. 2011, vol. 108, p. 177-188

³¹ MUÑOZ,Arango y HERNÁN,Raul. Recursos minerales de Colombia. Minerales de titanio. En: PGEI. 2017, p. 457-470

³² AMAYA, Z. , BONILLA, A., FRANCO J., CRAMER, T. Metales estratégicos en el oriente colombiano, potencial minero y especulación. Universidad Nacional de Colombia; Universidad Federal do Rio Grande do Sul. [Consultado el febrero/72018]. Disponible en: <http://www.gegeunal.org/wp-content/uploads/2012/10/CONGRESO-BRASIL-2012.pdf>.

³³ VARÓN D.A. *et al.* Estudio de las Transformaciones del Mineral Ilmenita (FeTiO₃) de Puerto Colombia (Atlántico) Producidas Durante la Molienda de Alta Energía. Sociedad Colombiana de Física. En: Revista Colombiana de Física. 2008. Vol. 40. 68p.

³⁴ ORTIZ,Diogenes. Distribuidores de ilmenita. [Print(0)]. [Consultado el noviembre/152017]. Disponible en: <http://distribuidoresdeilmenita.com/>

³⁵ GARCÍA-MUÑOZ,P , et al. Modified ilmenite as catalyst for CWPO-Photoassisted process under LED light. En: Chemical Engineering Journal. 2017, vol. 318, p. 89-94

³⁶ GARCÍA-MUÑOZ,P., et al. Ilmenite (FeTiO₃) as low cost catalyst for advanced oxidation processes. En: Journal of Environmental Chemical Engineering. 3. vol. 4, no. 1, p. 542-548

Tabla 2. (Continuación)

| Propiedades Químicas |
|---|
| Formación geológica a temperaturas superiores a los 500°C |
| Presenta solubilidad en ácido sulfúrico |

ORTIZ, Diogenes. Distribuidores de ilmenita. [Print(0)]. [Consultado el noviembre/152017]. Disponible en: <http://distribuidoresdeilmenita.com/>

1.4 SOPORTE DE ILMENITA

Al soportar la ilmenita en el proceso fotocatalítico se evita la filtración para poder separar el fluido del catalizador, la eficiencia de esta se ve reducida en comparación con los procesos en suspensión debido a la disminución del área de contacto. Para soportarla en esta investigación se usan dos métodos diferentes.

1.4.1 Método de adhesión: Se establece en el uso de un adhesivo que permita que las películas tengan uniformidad y alta adherencia al sustrato³⁷. Para este procedimiento se hace un lavado inicial al sustrato, luego se aplica el adhesivo el cual se debe escoger dependiendo la composición de la película y el grosor de esta y posteriormente el fotocatalizador que en este caso será la ilmenita.

1.4.2 Método de agente ligante: Se fundamenta en la utilización de una agente ligante para adherir un catalizador a un soporte. El método consiste en preparar una solución de ligante y un solvente que permite que el ligante se solubilice y logre una mejor dispersión del catalizador, el cual se adiciona al final. Luego de añadir el solvente y el ligante, y de agitar durante 20 minutos, se adiciona la ilmenita se agita nuevamente y se sumerge el soporte en la solución³⁸.

³⁷ HORMIGA HERNÁNDEZ, Angie Lorena; SANTOS CARVAJAL, Deya Marcela y QUIÑONES SEGURA, César Augusto. Diseño Conceptual y Construcción De Un Fotorreactor De Bajo Costo Utilizando TiO₂ Soportado En PVC. Bogotá D. C.: Fundación Universidad de América, 2015.

³⁸ RODRÍGUEZ VILLAMIL, Laura Milena; SÁENZ ROJAS Cindy Katerine. Evaluación de la efectividad del TiO₂ para la disminución de concentración de H₂S gaseoso a nivel de laboratorio. Bogotá D.C., Fundación Universidad de América, 2011

1.5 SULFURO DE HIDRÓGENO

Se considera tóxico, gas inflamable y extremadamente venenoso con un olor característico a huevo podrido³⁹. La detección de trazas de H₂S en la atmósfera ambiental es altamente deseable⁴⁰, hasta el momento numerosas tecnologías y métodos han sido adoptados para detectar H₂S, incluido el radiómetro infrarrojo cercano (NIR), sondas fluorescentes, cromatografía, electroquímica, colorimetría y espectrometría de masas⁴¹. Este gas será el contaminante a degradar en este proyecto.

Se produce de forma natural por descomposición de materia orgánica y se libera en lodo de aguas residuales, estiércol líquido y gas natural⁴². Es un subproducto de muchos procesos industriales que incluyen refinación de petróleo, curtido, minería y agricultura^{43,44}. Los trabajadores de estas industrias experimentan algunos síntomas al exponerse a este gas, incluso una exposición de una sola vez puede conducir a déficits neurológicos a largo plazo⁴⁵.

1.6 LABORATORY VIRTUAL INSTRUMENT ENGINEERING WORKBENCH (LabVIEW)

Es un software de ingeniería de sistemas que requiere pruebas, medidas y control con acceso rápido a hardware e información de datos⁴⁶. Este tiene un lenguaje gráfico o lenguaje G, creado por National Instruments con el fin de conferir iconos a cambio de texto para desarrollar aplicaciones. Dos partes importantes de LabVIEW,

³⁹ EPA, Environmental Protection Agency. Toxicological Review of Hydrogen Sulfide. (CAS No. 7783-06-4). Washington, DC, 2003, p. 2.

⁴⁰ CANELA, Maria, et. al. Gas-phase destruction of h₂s using TiO₂/UV-VIS. En: Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry. 1998, vol. 112, p. 73-80

⁴¹ GAO, Xinming, et. al. Highly sensitive and selective H₂S sensor base on porous ZnFe₂O₄ nanosheets. En: Sensor and Actuators B: Chemical. 2017, vol. 246, p. 662-672

⁴² ATSDR. Hydrogen Sulfide. [en línea] < <https://www.atsdr.cdc.gov/MHMI/mmq114.pdf> > [citado el 29 de Noviembre de 2017]

⁴³ OSHA. Hydrogen Sulfide. [en línea] < https://www.osha.gov/OshDoc/data/HurricaneFacts/hydrogen_sulfide_fact.pdf > [citado el 29 de Noviembre de 2017]

⁴⁴ FELLAH, Mehmet Ferdi. Adsorption of hydrogen sulfide as initial step of H₂S removal: A DFT study on metal exchanged ZSM-12 clusters. En: Fuel Processing Technology. 2016, vol. 144, p. 191-196.

⁴⁵ JIANG, Jingjing, et al. Mechanisms of toxicity and development of an antidote. En: Scientific reports. 2016, vol. 6

⁴⁶ NATIONAL INSTRUMENTS. Learn Labview. [en línea] Disponible en < http://www.ni.com/academic/learn_labview/esa/ >

son el diagrama de bloques donde va el desarrollo de programación y el panel frontal que es la interface máquina hombre⁴⁷⁴⁸.

El sistema de adquisición de datos tiene como fin realizar un seguimiento de cambios en señales análogas a digital o D/A en un dispositivo diseñado para medir estas variaciones que lleva como nombre My DAQ. Este sistema consiste de sensores, un dispositivo DAQ o tarjeta de adquisición de datos y una PC con software programable⁴⁹⁵⁰ como se muestra en la figura 2.

Figura 2. Esquema de las partes de un sistema de adquisición de datos



NATIONAL INSTRUMENTS. What is data acquisition?. [en línea] Disponible en <<http://www.ni.com/data-acquisition/what-is/esa/>>

Así mismo como la MY DAQ, se hace uso de otras interfaces como lo es la NI USB-9219 que es un un módulo universal de 4 canales diseñado para pruebas de usos múltiples. Con esta tarjeta se puede medir varias señales desde sensores como RTDs, termopares, celdas de carga y otros sensores. Los rangos de medida difieren para cada tipo de medida e incluyen hasta ± 60 V para voltaje y ± 25 mA para corriente⁵¹.

1.6.1 SENSOR DE H₂S ; Los sensores son detectores de señales físicas o químicas, esta señal es la que se espera adquirir para análisis detallados y dar soluciones o pruebas⁵².

⁴⁷ SUMATHI, S. Labview based advanced instrumentation systems. Ed. 12. New York. Springer 2007

⁴⁸ MORENO, Luna, et al. Virtual instrumentation in LabVIEW for multiple optical characterizations on the same opto-mechanical system. En: Optik – International Journal for Light and Electron Optics. vol. 126, p. 1923-1929

⁴⁹ CHEN, Y, et al. The implementation of a data acquisition and service system based on HDF5. En: Fusion Engineering and Design. 2016, vol. 112, p. 975-978

⁵⁰ NATIONAL INSTRUMENTS. What is data acquisition?. [en línea] Disponible en <<http://www.ni.com/data-acquisition/what-is/esa/>>

⁵¹ NATIONAL INSTRUMENTS. NI USB-9219. [en línea] Disponible en <<http://sine.ni.com/nips/cds/view/p/lang/es/nid/205189>>

⁵² CORONA, L.G. Sensores y Actuadores: Aplicaciones con Arduino. Grupo Editorial Patria, 2016.

La calibración de un sensor le consiente la confiabilidad de la adquisición de datos para ser estudiada, a salvo que sólo se quiera detectar una señal sin importancia de exactitud.

Para este proyecto se usaron dos sensores, el 65-2424RK (anexo A) y el MQ-136 (anexo B), ambos miden la concentración de sulfuro de hidrogeno, sin embargo el 65-2424RK es más exacto, cuenta con un tiempo de respuesta de 90% en 30 segundos y fue calibrado, por tal razón este midió la concentración del gas y el MQ-136 detecto la fuga, en la Tabla 3 se muestra una tabla comparativa de los dos equipos.

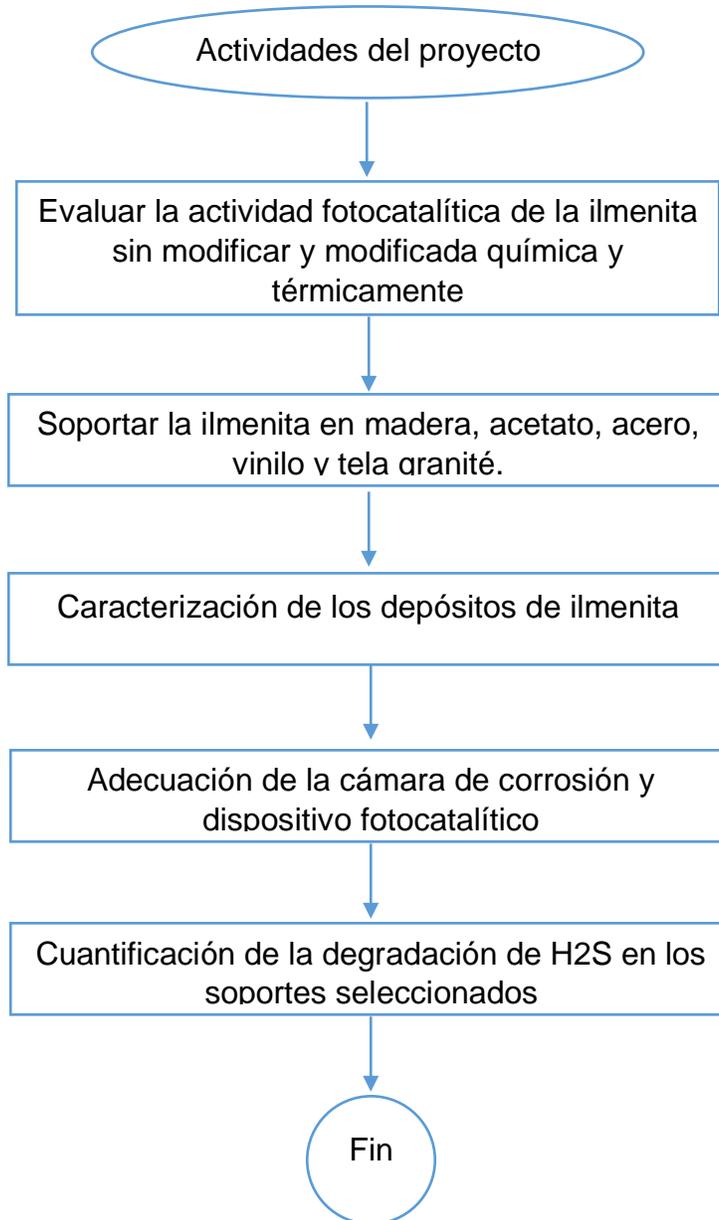
Tabla 3. Especificaciones de los sensores

| ESPECIFICACIONES | | |
|--------------------|---|---|
| | 652424-RK | MQ-139 |
| Gas objetivo | Sulfuro de hidrógeno (H ₂ S) | Sulfuro de hidrogeno (H ₂ S) |
| Método de muestreo | Difusión | Semiconductor |
| Voltaje de entrada | 10 VDC – 30 VDC | <24VDC |
| Señal de salida | 4 – 20 mA | ≥0.5V (50ppm H ₂ S) |
| Rango de detección | 0 a 100 ppm (partes por millón) | 1 a 200 ppm (partes por millón) |
| Exactitud | ±5% lectura o ±2 ppm H ₂ S | ±20% lectura o ±8 ppm H ₂ S |
| Tiempo de reporte | 90% en 30 segundos | ----- |
| Costo | \$ 2,500,000 | \$ 130,000 |

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Con el fin evaluar la actividad fotocatalítica de la ilmenita para la degradación de sulfuro de hidrógeno se llevaron a cabo las siguientes actividades:

Figura 3. Actividades del proyecto de investigación



2.1 EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA DE ILMENITA SIN MODIFICAR Y MODIFICADA QUÍMICA Y TÉRMICAMENTE

Se compraron 2000 g de ilmenita a la distribuidora de Ilmenita de Barbacoas, Nariño con sede de venta en Bogotá, después del proceso del tamizado se destinaron 240 g para la modificación, 120 g para la química y 120 g para la térmica

2.1.1 Tamizado. En el proceso de extracción la ilmenita es mezclada con otras impurezas como partículas de arena y hematita. Para soportar este material en los procesos fotocatalíticos se requieren tamaños de partícula retenidos en el tamiz 80, tamiz 100 y tamiz 120⁵³, por tal razón es indispensable tamizar el material. Para este proceso se empleó el tamizador PS-35 de PINZUAR LTDA que se encuentra en la Figura 3 y los tamices según la norma ASTM E11 en el siguiente orden malla 20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 170. En la figura 4 se puede apreciar el tamizador usado en este proceso.

Figura 4. Proceso de tamizado.



2.1.2 Modificación de la Ilmenita. La ilmenita es modificada química y térmicamente con el fin de eliminar las impurezas que hayan quedado después de tamizar y cambiar la estructura del mineral para mejorar la actividad fotocatalítica respectivamente⁵⁴⁵⁵.

2.1.2.1 Modificación térmica de la ilmenita. Este proceso se llevó a cabo en la mufla NEY VULCAN referencia D-130 tomando 120 g de ilmenita en una

⁵³ HORMIGA, Op., Cit., p. 24

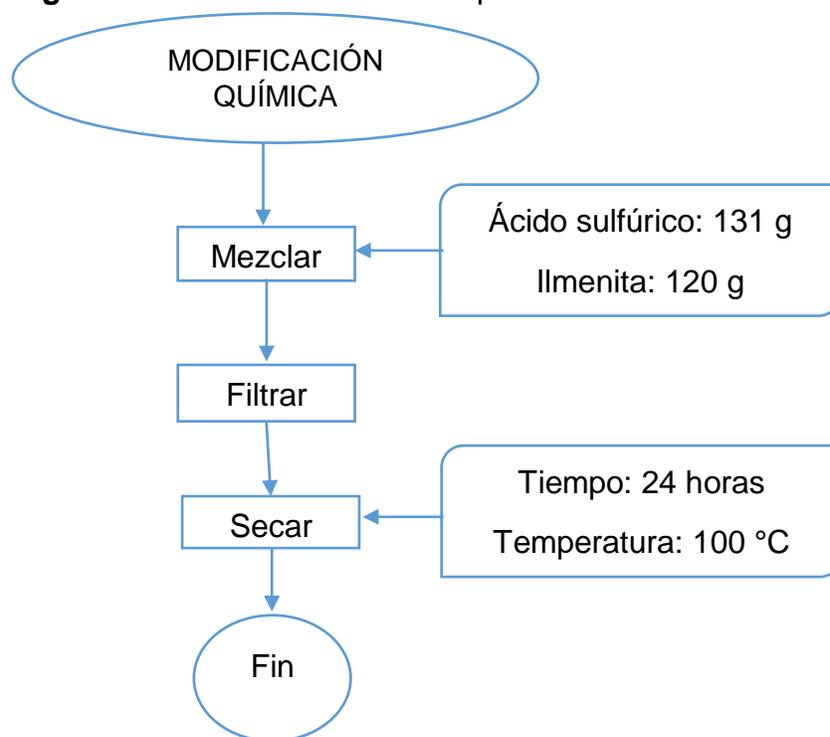
⁵⁴ MORA MERA, César Augusto; MURCIA SANGUINO, Mario Leonardo y QUIÑONES SEGURA, César Augusto. Evaluación de la actividad fotocatalítica de La ilmenita modificada con ácido Sulfúrico Para La Degradación De Azul De Metileno. Bogotá, D. C.: Fundación Universidad de América, 2012.

⁵⁵ CARDENAS SABOGAL, Cristhian Javier; PORRAS Rojas, Miguel Fernando y QUIÑONES SEGURA, César Augusto. Dimensionamiento y construcción de un foto-reactor agitado con aire en presencia de ilmenita para la degradación de azul de metileno Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América, 2015.

composición equimolar del tamiz 80,100 y 120. Esta mezcla se calcinó por 20 minutos a 500 °C⁵⁶.

2.1.2.2 Modificación química de la ilmenita. Para este procedimiento se tomaron 120 g de ilmenita de los tamices mencionados anteriormente en una composición equimolar y se mezclaron con ácido sulfúrico concentrado (18M, 95-98% de pureza, 36N) en relación másica 1:2 en la plancha de agitación STUART referencia UC-152 durante 20 minutos. La ilmenita sulfatada se filtró en un filtrador al vacío quitando gran parte del lodo de impurezas solubles al ácido. Finalmente el producto de la filtración se dejó secar en la mufla NEY VULCAN referencia D-130 durante 24 horas a 100 °C removiendo así toda la humedad⁵⁷. En la Figura 5 se resume el proceso.

Figura 5. Proceso modificación química de la ilmenita



2.1.3 Evaluación de la actividad fotocatalítica de la ilmenita sin modificar y modificada en la degradación de AM. Se evaluó la eficiencia de degradación de

⁵⁶ RAJ, K. Joseph Antony; SMITH, York R; SUBRABANIAN, Vaidyanathan; VISWANATHAN, B. Sulfated Fe₂O₃-TiO₂ synthesized from ilmenite ore: A visible light active photocatalyst. En: Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. 2010. 140-147p.

⁵⁷ RAJ, K. Joseph Antony; SMITH, York R; SUBRABANIAN, Vaidyanathan; VISWANATHAN, B. Sulfated Fe₂O₃-TiO₂ synthesized from ilmenite ore: A visible light active photocatalyst. En: Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. 2010. 140-147p.

ilmenita sin modificar y modificada tanto térmica como químicamente con el fin de cuantificar el porcentaje de degradación de cada una y así escoger la que presente mejor actividad fotocatalítica. Esta prueba se hizo usando películas de acetato debido a que los polímeros como soporte de semiconductores han presentado un excelente resultado de degradación de diferentes compuestos⁵⁸ y este en particular es accesible y de fácil manejo. El compuesto a degradar es azul de metileno (AM) ya que es un referente en el grupo Materiales Fotoactivos.

2.1.3.1 Curva de calibración. Para medir la concentración de AM se empleó la ley de Lambert Beer, por tal razón es necesario diseñar una curva de calibración de 1 ppm a 8 ppm del compuesto, tomar su absorbancia y hacer una gráfica de absorbancia vs concentración para observar si cumple la linealidad de la ley nombrada anteriormente y así deducir la ecuación que será usada como modelo matemático en la medición de la concentración de AM en el proceso de degradación⁵⁹.

La absorbancia fue medida en el espectrofotómetro GENESYS 20 de Thermo Spectronic a una longitud de onda de 665 nm ya que es donde el AM absorbe más luz. Los datos experimentales se exponen en la Tabla 4 y la Gráfica 1 muestra la linealidad de estos demostrando el cumplimiento de la ley con un coeficiente de correlación de 0,9982 y la ecuación es $y=0,1889x - 0,0357$ donde Y es la absorbancia y X la concentración.

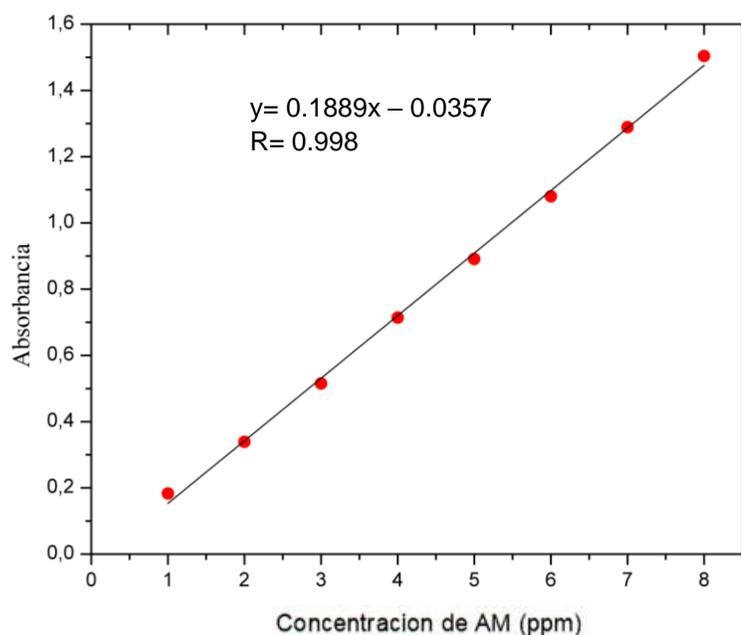
Tabla 4. Datos curva de calibración.

| Concentración ppm | Abs |
|-------------------|-------|
| 1 | 0,183 |
| 2 | 0,339 |
| 3 | 0,515 |
| 4 | 0,714 |
| 5 | 0,891 |
| 6 | 1,08 |
| 7 | 1,289 |
| 8 | 1,504 |

⁵⁸HESHMATPOUR, Felora y ZARRIN, Saviz. A probe into the effect of fixing the titanium dioxide by a conductive polymer and ceramic on the photocatalytic activity for degradation of organic pollutants En: Journal of Photochemistry and Photobiology. En: A Chemistry. 2017, vol., p. 431-443.

⁵⁹ SANNINO, Dimitri. et al. Mathematical modelling of photocatalytic degradation of methylene blue under visible light irradiation. En: Journal of Environmental Chemical Engineering. 2013. Vol.1. p 56-60.

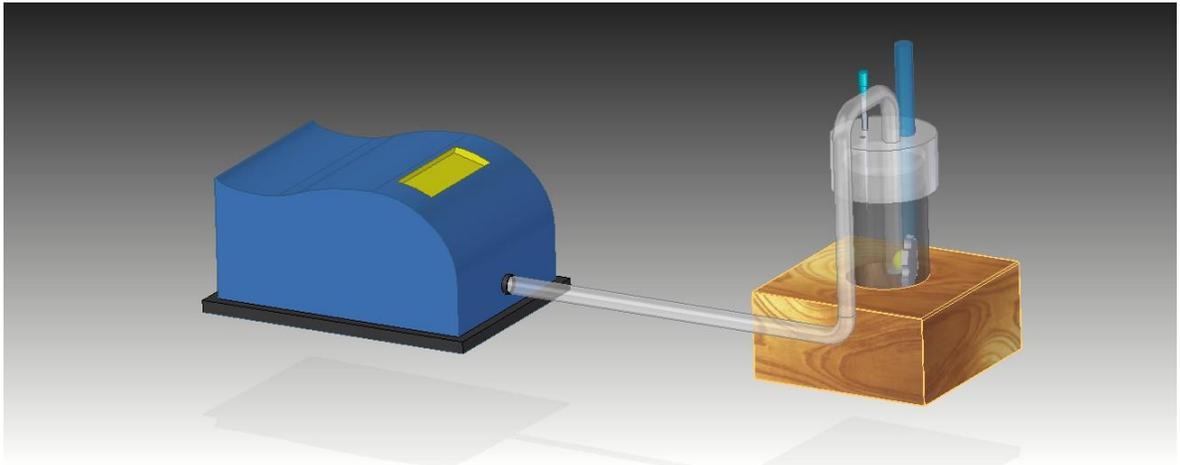
Gráfica 1. Curva de calibración de AM



2.1.32 Degradación de AM. Se elaboraron 10 películas de cada tipo de ilmenita, las dimensiones de las películas son de 3 x 8 cm, estas medidas se escogieron para poder utilizar los reactores desarrollados por el grupo Materiales Fotoactivos y que estas ocupen todo el diámetro interno de los reactores para maximizar el uso del semiconductor, el método de fijación fue el de adhesión (Anexo C), adicionalmente se realizó otra prueba con el mineral suspendido para corroborar los resultados. Se hizo un estudio con luz UV y otro con luz visible.

Los elementos que componen esta prueba son: Un led UV de 3 W de potencia, un led visible de 3 W de potencia, un aireador para acuario de 1,5 W, un adaptador de corriente alterna de 1000 mA y un reactor fotocatalítico. El montaje se muestra en la Figura 6.

Figura 6. Montaje de degradación de AM



Este proceso comienza con depositar la película en el reactor, después se adicionaron 15 mL de AM con una concentración de 8 p.p.m, luego se dispuso el led y una aguja que se conectó por medio de una manguera a la bomba para la circulación del aire. Finalmente se puso en funcionamiento el sistema.

La degradación de cada película duro 3 horas, cada cierto tiempo se tomaba muestras para medir la absorbancia y con ayuda de la ecuación experimental hallar la concentración. Se debe tener en cuenta que los resultados obtenidos en el procedimiento muestra la remoción del AM la cual es la suma de la degradación y la adsorción de este.

2.1.4 Prueba de adherencia de las películas. Se evaluó la adherencia de la ilmenita en el soporte sumergiendo las películas en agua durante 48 horas, pesando la película antes y después del procedimiento, con estos valores se deduce el porcentaje del semiconductor desprendido.

2.1.5 Prueba de adsorción de las películas. Para determinar si el semiconductor realmente está degradando AM en el proceso fotocatalítico o solo adsorbe este compuesto se debe realizar unas pruebas de adsorción donde se sumerge la película en una solución de 8 p.p.m de AM en total oscuridad y en las siguientes tres horas se mide la absorbancia de la sustancia en los mismos intervalos de tiempo usados en el proceso de degradación descrito anteriormente, estos resultados se deben comparar con los medidos en el proceso fotocatalítico explicado previamente, con este balance se puede determinar si hay proceso de remoción o solo adsorción.

Después de concluir como presenta mayor actividad fotocatalítica la ilmenita se debe soportar en los materiales escogidos para el estudio (Sección 2.1.6), someter estas películas a las pruebas de adherencia y adsorción explicadas anteriormente para finalmente llevar a cabo la degradación de H_2S .

2.2 SOPORTE DE LA ILMENITA PARA LA DEGRADACIÓN DE H₂S

2.2.1. Selección del soporte: Teniendo en cuenta disponibilidad, resistencia química y mecánica, bajo precio, y alta durabilidad. Los materiales son acero inoxidable⁶⁰, acetato⁶¹, vinilo (PVC cristal)⁶², madera y tela granite 100% algodón.

2.2.2 Selección del método de fijación: Los materiales seleccionados presentan diversos tipos de métodos de fijación, sin embargo, en el grupo de Materiales Fotoactivos se han encontrado dos sistemas que se ajustan y son convenientes por su bajo costo, disponibilidad de reactivos y tiempos de respuesta.

Para el caso del acetato, acero inoxidable, papel filtro y madera se aplica el método de adhesión (Anexo C) debido a que en el mercado existen diversos tipos de pinturas tipo primer que pueden ser aplicadas en los 4 materiales. Para las pruebas se utilizó el primer ultra cover 2X de la corporación rust-oleum⁶³ que es apto para estos materiales.

La tela granite tiene un tratamiento diferente debido a su textura y porosidad, por tal razón el método seleccionado fue agente ligante⁶⁴. Se seleccionaron dos solventes el isopropanol y el diclorometano para verificar la incidencia del solvente en el método, como ligante se escogió silicona. Estos compuestos han sido empleados en diferentes proyectos del grupo de Materiales Fotoactivos presentando excelentes resultados, en estos se soportó TiO₂ como se cambió el semiconductor se tuvo en cuenta la composición del TiO₂ en la ilmenita y así hacer la corrección en la medición.

En el método se debe emplear el 1,2% de ligante y 5% de TiO₂ es decir 7,633% de ilmenita, estas relaciones son másicas. Se midieron 300 ml de cada solvente, con el isopropanol se emplearon 18 g de ilmenita y 2,83 g de silicona y en el proceso con el diclorometano 30,57 g del semiconductor y 4,8 g de silicona⁶⁵.

⁶⁰ BESTETTI, Massimiliano, et al. Photocatalytic degradation activity of titanium dioxide sol-gel coatings on stainless steel wire meshes. En: Materials Chemistry and Physics. 2010 vol. 124, p 1225-1231.

⁶¹ APONTE, Felipe and BENAVIDES, Marcela. Op., Cit., p.28.

⁶² HORMIGA, Angie and SANTOS, Marcela. Op., Cit., p.39

⁶³ RUST-OLEUM. 2X Ultra Cover Primer Spray [Print(0)]. [Consultado el febrero/192018]. Disponible en: https://www.rustoleum.com/~/media/DigitalEncyclopedia/Documents/RustoleumUSA/ProductDocuments/ProductLabels/English/CBG/American%20Accents/2x/280704_315960_0916_AAC_12_oz_Ultracover_2X_Aerosol_Walmart_GrayPrimer_SPP_0456.ashx

⁶⁴ RODRÍGUEZ, Laura and ROJAS, Cindy. Op., Cit., p. 33

⁶⁵ GRANDA, Fidel; MARIN, Juan; RIOS, Luis y RESTREPO, Gloria. TiO₂ soportado sobre recubrimientos poliméricos: Evaluación en un sistema fotorreaccionante activado con radiación solar. En: Scientia Et Technica. 2010. Vol. 13. p .411-416. Disponible en: <<http://redalyc.uaemex.mx>>. Citado en (07 febrero de 2018)

Se debe tener precaución por el uso del diclorometano debido a que es un compuesto volátil (punto de ebullición 39,8 °C)⁶⁶. El proceso se puede observar en el anexo D.

2.3 CARACTERIZACIÓN DE LOS DEPÓSITOS DE ILMENITA

Los depósitos de ilmenita se caracterizaron con difracción de rayos X con el fin de conocer la composición y la fase de los componentes que el análisis fue realizado con rango 2theta entre 20- 80°, con un paso de barrido de 0,002° y tiempo de paso de 0,60 segundos⁶⁷.

También se realizó una caracterización de los depósitos de ilmenita con un lente macro para verificar la uniformidad y homogeneidad de estas películas.

2.4 ADECUACIÓN DE LA CÁMARA DE CORROSIÓN Y DISPOSITIVO FOTOCATALÍTICO

Se realizó la adecuación de la cámara de corrosión y la implementación de un nuevo dispositivo fotocatalítico para la degradación de sulfuro de hidrógeno.

2.4.1 Adecuación cámara de corrosión. La cámara de corrosión se adecuó con el fin de evitar fugas y tener una mejor lectura del gas por parte del sensor. En la parte interna de la cámara de corrosión se implementó los siguientes instrumentos:

- **Dispositivo fotocatalítico:** importante en el proceso fotocatalítico debido que es el lugar donde ocurre el proceso, numeral 2.2.2.
- **Ventilador:** la densidad del sulfuro de hidrogeno es muy alta (1.36 kg/m³) de manera que permanecerá en la parte baja de la cámara y en consecuencia el sensor ubicado en la parte superior de esta para evitar su corrosión no lo detectará, para mejorar esta circulación del gas se instaló un ventilador de 12 V. En la parte externa de la cámara de corrosión se implementaron las siguientes adecuaciones e instrumentos.
- **Tornillos de cuello cuadrado:** se adaptaron tornillos con el fin de cerrar y abrir fácilmente la cámara. Son tornillos de 3 mm de diámetro debido a que debían tener el mismo grosor de la pestaña de la cámara. La longitud del tornillo que más se adecuaba sin causar daños al dispositivo fue de ¾ de pulgada.

⁶⁶ PRTR (Registro estatal de emisiones y fuentes contaminantes), España. Ministerio de agricultura y medio ambiente. [Print(0)]. [Consultado el noviembre/152017]. Disponible en: <http://www.prtr-es.es/Diclorometano-DCM,15622,11,2007.html>.

⁶⁷ CHEN, Pan; et al, Adsorption mechanism of lead ions at ilmenite/water interface and its influence on ilmenite flotability. En: Journal of Industrial and Engineering Chemistry, vol 53, p. 285-293

- **Soporte de sensor 65-2424RK:** se diseñó un soporte para el sensor con el fin de mantenerlo estático, este sensor mide entre 0 y 100 p.p.m.
- **Sensor MQ136:** encargado de detectar fugas de H₂S gaseoso al exterior de la cámara, activando en el software una alarma de fuga.
- **Tapa de la cámara de corrosión:** se le diseñó un espacio para colocar el sensor ya que no permanece fijo por su peso. Se cambió el empaque dado que el anterior estaba desgastado y se añadieron 2 huecos más para evitar fugas del gas.
- **Soporte de la cámara de corrosión:** se diseñó un soporte rectangular que se añadió en la parte inferior externa de esta a fin de darle más estabilidad y poder guardar todas las conexiones, equipos que se encuentran externos y que se usarán en el proceso fotocatalítico. Las medidas del soporte se encuentran en la Tabla 5.

Tabla 5. Medidas del soporte.

| Dimensión | Medida (cm) |
|------------------|--------------------|
| Ancho | 40 |
| Alto | 40 |
| Profundidad | 10 |

El esquema de la adecuación de la cámara se puede ver en la figuras 7 y 8 y el plano en el Anexo F y Anexo G.

Figura 7. Esquema de la cámara de corrosión

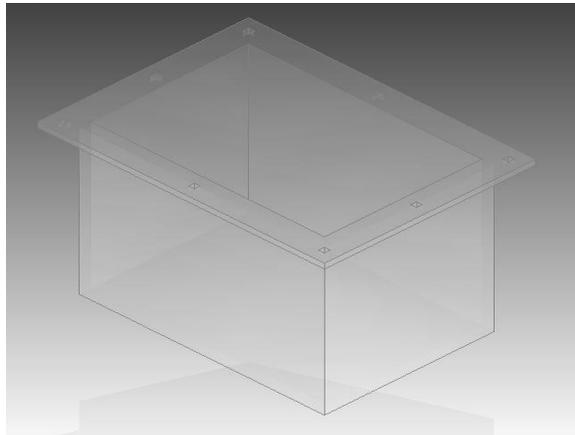
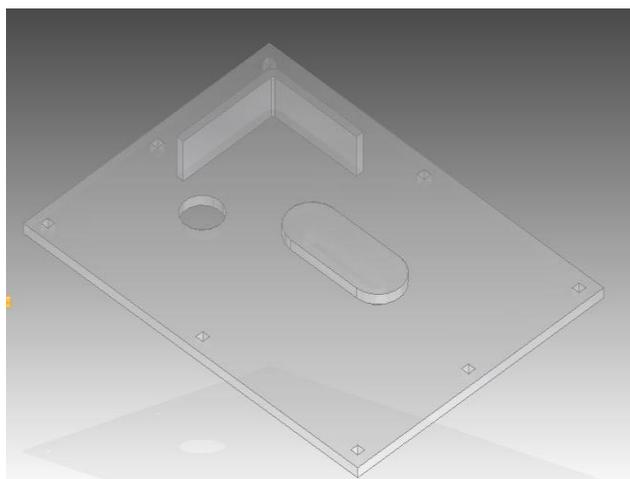


Figura 8. Tapa cámara de corrosión



2.2.2 Adecuación del dispositivo fotocatalítico. El dispositivo fotocatalítico es un importante paso para la degradación de H_2S considerando que es el lugar donde se ubican las películas de ilmenita, los leds y la ventilación.

Se escogió la carcasa del dispositivo la cual se hizo siguiendo las recomendaciones hechas por Portela⁶⁸ dentro de las cuales se resalta la fácil operación, tamaño pequeño (que abarque dentro de la cámara y haya suficiente espacio para llevar a cabo la reacción), que el material de este transmita un porcentaje bajo de luz y sea resistente a gases ácidos, sin embargo, las dimensiones deben ser mayores a las usadas en el trabajo debido a que se cambió el semiconductor y con el mineral usado (ilmenita) se debe tener una mayor área de contacto que con el TiO_2 , las medidas del nuevo dispositivo son:

Tabla 6. Medidas del dispositivo fotocatalítico.

| Dimensión | Medida (cm) |
|--------------------|-------------|
| Ancho | 13 |
| Alto | 6,5 |
| Profundidad | 4,5 |

2.2.3 Construcción del dispositivo fotocatalítico. El material del dispositivo fue polipropileno negro ya que este cumplía con las condiciones nombradas en el numeral 2.2.2. El dispositivo incluye:

- **LED`S:** para la iluminación se emplearon 12 leds de radiación visible de 1 W conectados en serie alimentados por una fuente de 12 V debido a que es el

⁶⁸ PORTELA GÓNGORA, Laura Liliana y QUIÑONES SEGURA, Cesar Augusto. Implementación de un dispositivo fotocatalítico para la prevención del deslustro en piezas de oro expuestas a contaminación con H_2S . Bogotá, Fundación Universidad de América, 2016.

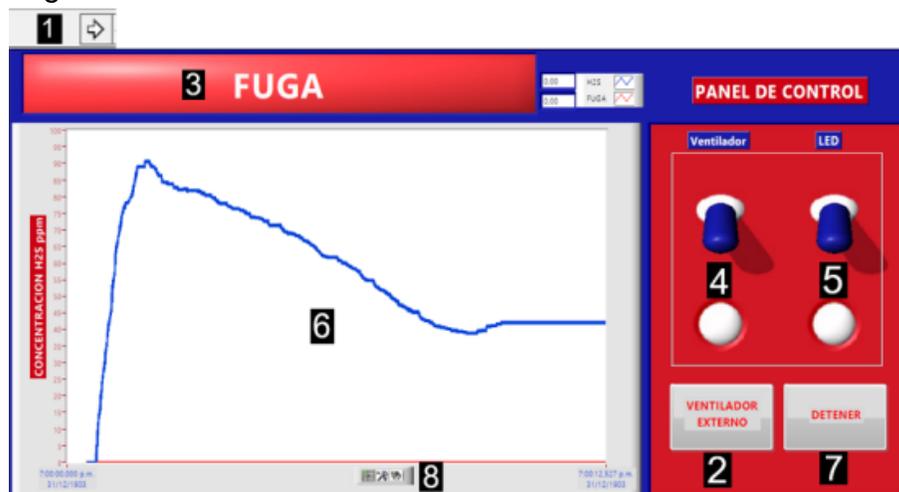
mayor número de leds que se pudieron acomodar en la parte superior del dispositivo aumentando así la actividad fotocatalítica.

- **Ventilador:** en un lado del dispositivo se adaptó un ventilador de 9V para aumentar el flujo de aire dentro de este, en el lado opuesto se abrieron cavidades para obligar al gas a salir por ahí.
- **Película:** las películas fueron puestas en la parte móvil inferior del dispositivo quedando ubicadas paralelamente a los leds esto con el objeto de poder retirarlas fácilmente. El diseño final del dispositivo se observa en el Anexo E.

2.4.4 Sistema de adquisición de datos. Con el objetivo de medir la concentración de H₂S dentro y fuera (fuga) de la cámara por medio de los sensores 65-2424RK y MQ136 respectivamente se tomó como base el software de programación gráfico (LabVIEW).

Este programa de adquisición de datos está constituido por un panel frontal como se observa en la Figura 9, el cual realiza funciones como lo son iniciar el programa, prender o apagar los ventiladores y/o el Led, visualiza una gráfica de adquisición de datos. Por medio de un Led virtual dar alerta de fuga y por último detener el programa.

Figura 9. Panel frontal



BELEÑO, Jeisson y QUIÑONES, Cesar. Adecuación de un reactor fotocatalítico para la degradación de H₂S en fase gaseosa con seguimiento en LabVIEW. Bogotá D.C Fundación Universidad de América. 2017

Las partes de panel frontal son:

1. **Run:** botón que da la opción de iniciar el programa.

2. **Ventilador Externo:** botón para prender o apagar el ventilador externo.
3. **Led virtual:** el Led se prende si el sensor MQ136 detecta una señal igual o mayor al valor permisivo situado en el diagrama de bloques.
4. **Ventilador interno:** este interruptor permite prender o pagar el ventilador del dispositivo fotocatalítico.
5. **Led:** el interruptor led permite encender o apagar el led del dispositivo fotocatalítico.
6. **Gráfica:** la grafica muestra los datos adquiridos de los sensores.
7. **Detener:** este botón detiene el programa.
8. **Opciones:** estas opciones me permiten maximizar, minimizar y mover la gráfica.

Este software cuenta con las funciones de prender y apagar los mecanismos del hardware, también de enviar email si se presenta una fuga y al detener el programa exporta los datos a una hoja de Excel, enviándolo al correo electrónico previamente ingresado. El documento de Excel queda guardado con el nombre del estudiante y la fecha en que se realizó la adquisición de datos.⁶⁹

2.4.5 Circuito impreso: Con el fin de reducir los puentes de conexión de los actuadores como lo son el ventilador, leds, alarma y de los sensores se llevó acabo la impresión del circuito en una baquelita. El plano electrónico del circuito se encuentra en el Anexo H y el montaje en la Figura 10.

Figura 10. Circuito impreso.



⁶⁹ BELEÑO AYALA, Jeisson Andrés y QUIÑONES SEGURA, Cesar Augusto. Adecuación de un reactor fotocatalítico para la degradación de H₂S en fase gaseosa con seguimiento en LabVIEW. BOGOTA. Fundación Universidad de America.2017

2.5 DEGRADACIÓN DE H₂S GASEOSO EN LA CÁMARA DE CORROSIÓN

2.5.1 Obtención del sulfuro de hidrógeno (H₂S). El H₂S se obtuvo a partir de la reacción entre el sulfuro de sodio nona hidratado (Na₂S) y ácido clorhídrico (HCl 30% m/m), como co-producto se tuvo el cloruro de sodio (NaCl) el cual tiene una baja toxicidad⁷⁰ y al precipitarse no reacciona con el H₂S.



Los cálculos para producir 80 p.p.m y no saturar el sensor fueron realizados por Portela (2016) y Beleño (2017). Fue necesario tener en cuenta los datos de la Tabla 7 y realizar los siguientes cálculos:

Tabla 7. Datos para la obtención del sulfuro de hidrógeno

| Compuesto | Peso molecular (g/mol) | Densidad (g/l) | Concentración |
|-------------------|------------------------|----------------|---------------|
| Na ₂ S | 78,045 | ----- | ----- |
| HCl | 36,461 | ----- | 30% m/m |
| H ₂ S | 34,081 | ----- | ----- |
| Aire (Bogotá) | ----- | 0,88 | ----- |

1. Hallar el volumen de la cámara

Ecuación 1. Volumen

$$\begin{aligned} V &= \text{Area rectangulo} * \text{profundidad} \\ V &= \text{alto} * \text{ancho} * \text{profundidad} \\ V &= 14,5 \text{ cm} * 19 \text{ cm} * 13,5 = 3719,2 \text{ cm}^3 = 3,719 \text{ l} \end{aligned}$$

2. Hallar la masa del aire (solvente en la cámara de corrosión)

Ecuación 2. Densidad

$$\rho = \frac{\text{masa}}{\text{Volumen}}$$

$$m = \rho * V = 0,88 * 3,719 = 3,273 \text{ g}$$

3. Encontrar la masa de H₂S que se necesita para tener una concentración de 100 p.p.m con el aire como solvente.

⁷⁰ MORTON, Grant. Toxicology of the eye. En: Journal of toxicology. 2008, vol. 6, p. 155-156

Ecuación 3. Concentración ppm

$$\text{Concentracion p.p.m} = \frac{\text{Soluta (mg)}}{\text{Solvente (kg)}}$$

$$\text{Soluta mg} = 100 \text{ ppm} * 3,273 \times 10^{-3} = 0,327 \text{ mg } H_2S = 3,27 \times 10^{-4} \text{ g}$$

4. Deducir estequiometricamente la masa de Na_2S y el volumen de HCl para que reaccione la masa de H_2S descrita anteriormente.

$$\begin{aligned} 3,27 \times 10^{-4} \text{ g } H_2S * \left(\frac{1 \text{ mol } H_2S}{34,081 \text{ g } H_2S} \right) * \left(\frac{1 \text{ mol } Na_2S}{1 \text{ mol } H_2S} \right) * \left(\frac{78,045 \text{ g } Na_2S}{1 \text{ mol } Na_2S} \right) * \left(\frac{100 \text{ g } Na_2S \cdot 9 H_2O}{32,5 \text{ g } Na_2S} \right) \\ = 0,0023 \text{ g } Na_2S \cdot 9 H_2O \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 3,27 \times 10^{-4} \text{ g } H_2S * \left(\frac{1 \text{ mol } H_2S}{34,081 \text{ g } H_2S} \right) * \left(\frac{2 \text{ mol } HCl}{1 \text{ mol } H_2S} \right) * \left(\frac{36,461 \text{ g } HCl}{1 \text{ mol } HCl} \right) * \left(\frac{100}{30} \right) * \left(\frac{1 \text{ ml}}{1,165 \text{ g } HCl} \right) \\ = 2,001 \times 10^{-3} \text{ ml } HCl \end{aligned}$$

Se propuso que el reactivo en exceso fuera el HCl ,

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 TAMIZADO ILMENITA

Se tamizaron 2000 g de ilmenita, los resultados obtenidos se observan en la tabla 8.

Tabla 8. Resultados del tamizado

| Malla | Abertura (μm) | Masa Retenida (g) | $\Delta\phi$ | ϕ |
|------------------------|-------------------------------|----------------------|--------------|--------|
| 20 | 850 | 125,9 | 0,079 | 0,08 |
| 40 | 425 | 175,4 | 0,093 | 0,17 |
| 60 | 250 | 144,6 | 0,088 | 0,26 |
| 80 | 180 | 396,2 | 0,180 | 0,44 |
| 100 | 150 | 404,1 | 0,199 | 0,64 |
| 120 | 125 | 409,3 | 0,164 | 0,80 |
| 140 | 100 | 170,7 | 0,110 | 0,91 |
| Fondos | - | 144,2 | 0,088 | 1 |
| Total Masa retenida | | 1970,4 | | |

De acuerdo a la Tabla 8 y según lo expuesto en el numeral 2.1.1 se calcula el porcentaje de ilmenita útil para este proceso.

Ecuación 4. Porcentaje de ilmenita

$$\%Ilmenita = \left(\frac{\text{Masa malla 80} + \text{Masa malla 100} + \text{Masa malla 120}}{\text{Masa Total}} \right) * 100$$

$$\%Ilmenita = \left(\frac{356.2 + 394.1 + 324.3}{2000} \right) * 100 = 60.48\%$$

A partir del porcentaje obtenido se deduce que se desaprovecha el 39.52% del cual el 1.48% queda adherido al equipo (tamizador), el 22.3% retenido en las mallas 20,40 y 60 tienen un tamaño de partícula muy grande lo que hace que las películas no queden uniformes y el 15.75% restante de las mallas 140 y fondos hace que el proceso de fotocátalisis no sea replicable debido a que su tamaño de partícula es muy pequeño y queda adsorbido por el agente de adhesión (primer).

Se garantizó un buen proceso de tamizado ya que en el primer tamiz y en los fondos quedó menos del 10% del total del mineral. Con este rendimiento (60,48%) y el hecho de que la ilmenita sin modificar presentó mayor actividad fotocatalítica, se

pudo concluir que la mina de Barbacoas, Nariño es un punto eficiente de extracción de este mineral.

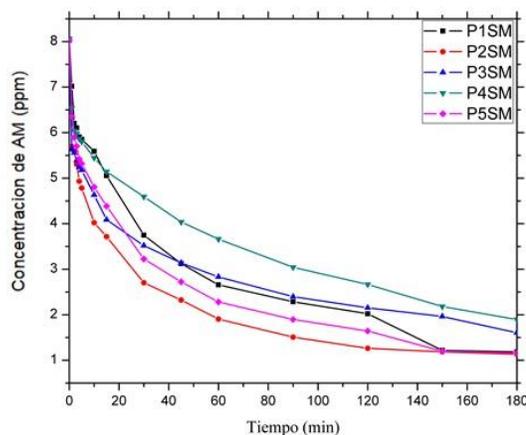
3.2 PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO DE LAS PELICULAS CON AM

Se realizaron pruebas preliminares para la degradación de AM elaborando películas de ilmenita soportadas en acetato con el fin de conocer la diferencia de la actividad fotocatalítica entre ilmenita modificada y sin modificar.

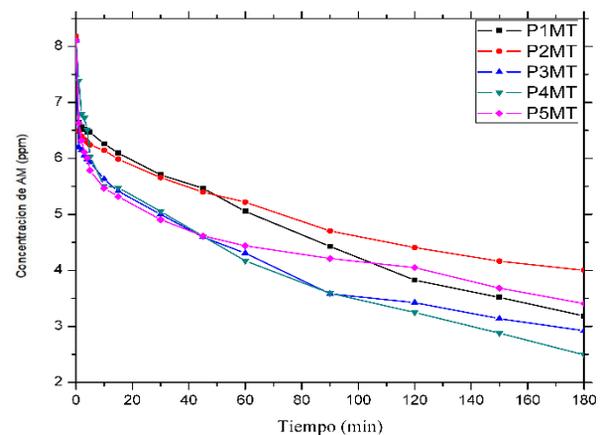
Para esta prueba se enumeraron las películas según el tipo de ilmenita soportado, es decir, PSM significa películas de ilmenita sin modificar, PMT películas de ilmenita modificada térmicamente y PMQ películas de ilmenita modificada químicamente, el número que acompaña cada película significa que son diferentes entre si.

3.2.1 Evaluación de la degradación de AM usando películas de ilmenita sin modificar y modificada usando radiación UV. En la Gráfica 2 se pudo observar que las películas P1SM, P2SM, y P5SM no tuvieron una tendencia similar pero obtuvieron una remoción aproximada de 85,90% de AM en 3 horas de actividad fotocatalítica, cabe resaltar que en minuto 90 ya se había alcanzado una remoción del 79,53% en estas películas.

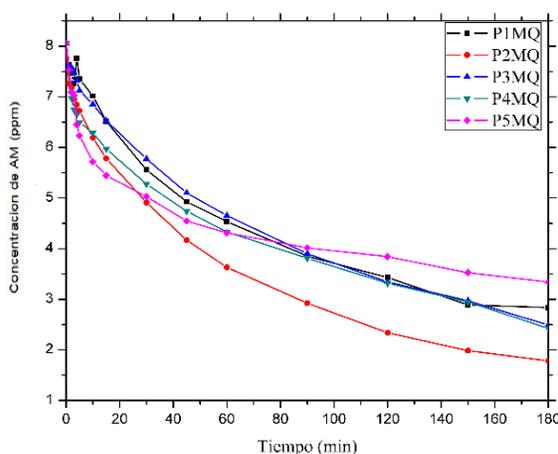
Gráfica 2. Degradación de AM con ilmenita sin modificar en radiación UV



Gráfica 3. Degradación de AM con ilmenita modificada térmicamente en radiación UV



Gráfica 4. Degradación de AM con ilmenita modificada químicamente en



Con el uso de ilmenita modificada térmicamente (Gráfica 3) el mayor porcentaje de remoción fue del 69,51% en P4MT y con la modificada químicamente (Gráfica 4) de 77,81% en la película P2MQ, en el minuto 90 alcanzaron 63,7% y 56,78% respectivamente. Con estos resultados se dedujo que es mejor semiconductor la ilmenita sin ningún tipo de modificación usando como fuente de luz la radiación visible.

La desviación en los resultados de la Gráfica 2 se debió a que las películas P3SM y P4SM tenían menos cantidad de semiconductor ya que su masa era menor a las otras películas sin modificación (Tabla 9).

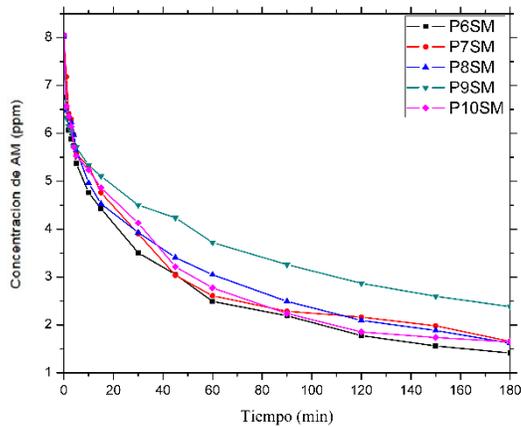
Las películas P2MT y P5MT (Gráfica 3) tuvieron un comportamiento similar, por ende se dedujo que los factores que las afectaron en comparación con las otras modificadas térmicamente son los mismos, uno de estos fue un cambio en la aireación ya que se usó el mismo aireador de acuario (1,2 W) para estas.

Tabla 9. Masa de las películas de ilmenita sin modificaciones

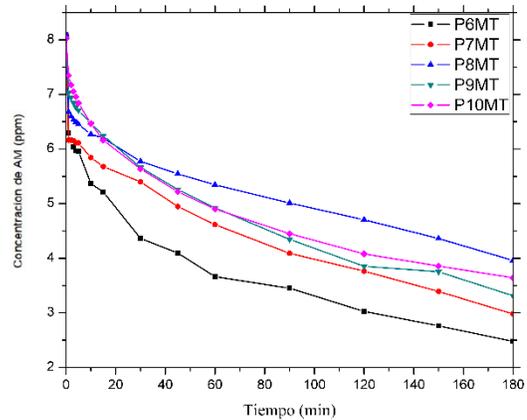
| | P1S | P2S | P3S | P4S | P5S | P6S | P7S | P8S | P9S | P10S |
|-----------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | M | M | M | M | M | M | M | M | M | M |
| Película | | | | | | | | | | |
| Masa (g) | 5,90 | 5,06 | 3,05 | 2,82 | 5,86 | 6,95 | 6,05 | 5,96 | 9,55 | 6,34 |

3.2.2 Evaluación de la degradación de AM usando películas de ilmenita sin modificar y modificada usando radiación visible. Se realizó la degradación de AM para verificar la funcionalidad de las películas de ilmenita modificadas y sin modificar.

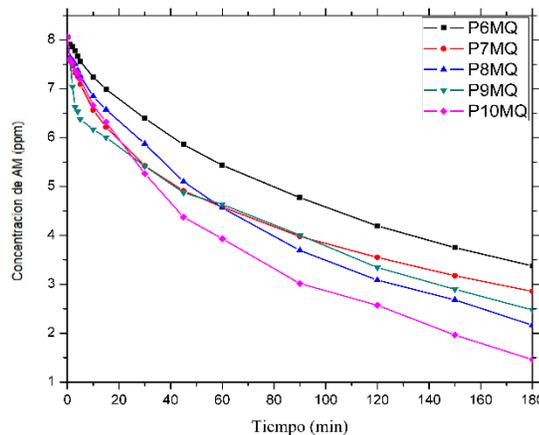
Gráfica 5. Degradación de AM con ilmenita sin modificar en radiación VIS



Gráfica 6. Degradación de AM con ilmenita modificada térmicamente en radiación VIS



Gráfica 7. Degradación de AM con ilmenita modificada químicamente en radiación VIS



En la Gráfica 5 se apreció que el mayor porcentaje de remoción lo presentó la película P6SM con 79,83%, la modificada térmicamente de 69,94%(Grafica 6) con P6MT y modificada químicamente de 76,93% (Grafica 7) con P10MQ. En el minuto 90 la remoción fue de 71,52%, 57% y 62,58% respectivamente. Con estos resultados se corrobora que usando tanto radiación visible como UV la ilmenita sin ninguna modificación presento mayor actividad fotocatalítica.

Se deduce que en la película P9SM se desvió de las otras películas debido a que se le aplico un exceso de PRIMER lo que absorbió gran parte del mineral, esta deducción se tomó ya que la masa de esta es mucho más alta que la de otras películas y su remoción fue menor.

Las películas P7MT y P10MT tuvieron la misma tendencia y se dedujo que la baja remoción en comparación con las otras películas modificadas térmicamente fue el uso del mismo aireador de acuario de 1,2 W.

La ilmenita modificada químicamente no presentó en ninguna de las dos pruebas resultados de remoción similares entre las películas.

Estudios recientes han demostrado que el ion sulfato (modificación química) forma un enlace con el hierro en la superficie de la ilmenita, que reduce el área superficial de este mineral e impide la adsorción del contaminante en este.⁷¹

En la modificación térmica se redujo la actividad fotocatalítica de la ilmenita debido a que en la calcinación el FeTiO_3 se transformó (oxidó) en pseudobrookita (Fe_2TiO_5) y óxido de hierro III, es decir reduciendo la cantidad de FeTiO_3 .⁷²

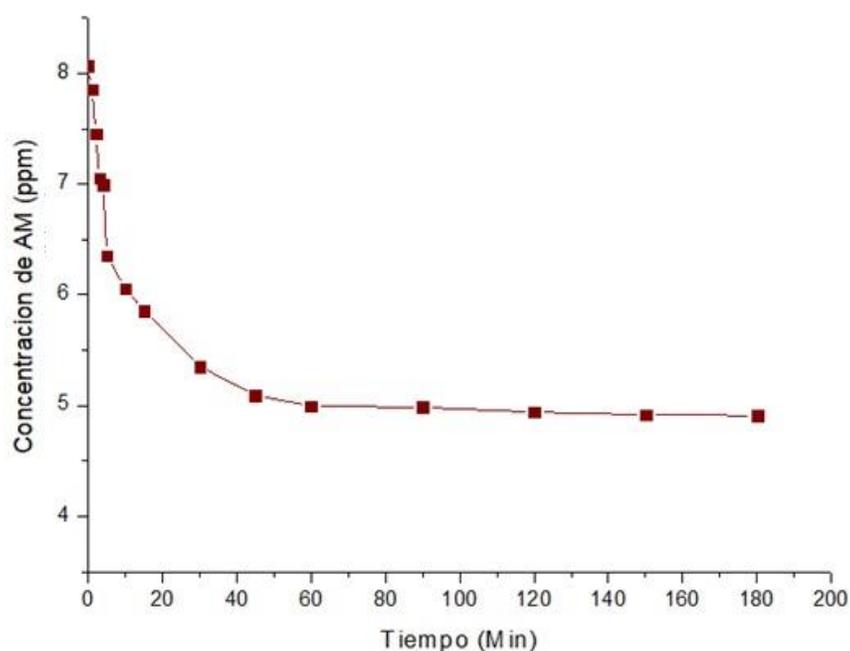
3.2.3 Resultados de la prueba de adherencia. En la prueba de adherencia la masa inicial de la película de acetato fue de 5,045 g después de cuatro días de sumergida en agua se dejó secar y el peso final fue de 5,005 g, esto demostró que la ilmenita quedó bien soportada ya que el desprendimiento fue de 0,793%.

3.2.4 Resultado de la prueba de adsorción. Esta prueba se realizó como se describió en el numeral 2.1.5, en la gráfica 8 se demostró que la máxima adsorción después de 3 horas de proceso fue de 39,11% con una concentración final de 4,91 p.p.m. Comparando este resultado con el porcentaje de remoción de la película P5SM se evidenció que la ilmenita degradó AM.

⁷¹ RU-BIN, Lee, et.al. Properties and photodegradation kinetic on Reactive Black 5 dye. En: Chinese Chemical Letters. 2017, vol. 28, p. 1613-1618.

⁷² RIDHA, Firas. Characterization of an ilmenite ore for pressurized chemical looping combustion. En: Applied energy. 2016, vol. 163, p.323-333.

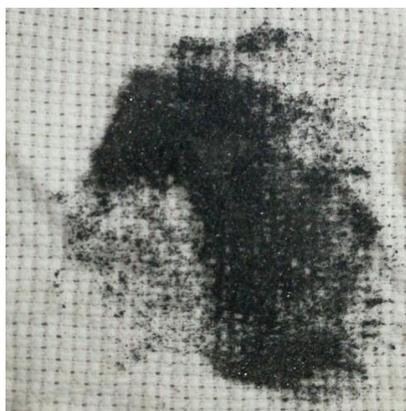
Gráfica 8. Prueba de adsorción de películas de acetato con AM



3.3 SOPORTE DE ILMENITA EN LOS DIFERENTES MATERIALES

Después de conocer como presentaba mejor actividad fotocatalítica la ilmenita se procedió a soportar el mineral en los materiales escogido y así realizar la degradación de H_2S . De los 5 materiales escogidos (acetato, vinilo, madera, tela granite y acero), la tela granite fue el único en el que no se pudo soportar la ilmenita debido a que la silicona no se disolvió bien en el solvente y el mineral quedo adherido a la silicona creando una película no uniforme. El resulta se apreció en la Figura 11.

Figura 11. Ilmenita soportada en tela granité



3.4 PRUEBAS DE ADHERENCIA DE LAS PELICULAS

Las películas de acero, vinilo, acetato y madera fueron sometidas a la prueba descrita en el numeral 2.1.5, en la Tabla 10 se pudo determinar que el porcentaje de desprendimiento del mineral fue despreciable, sin embargo la ilmenita queda más adherida en el soporte de acetato.

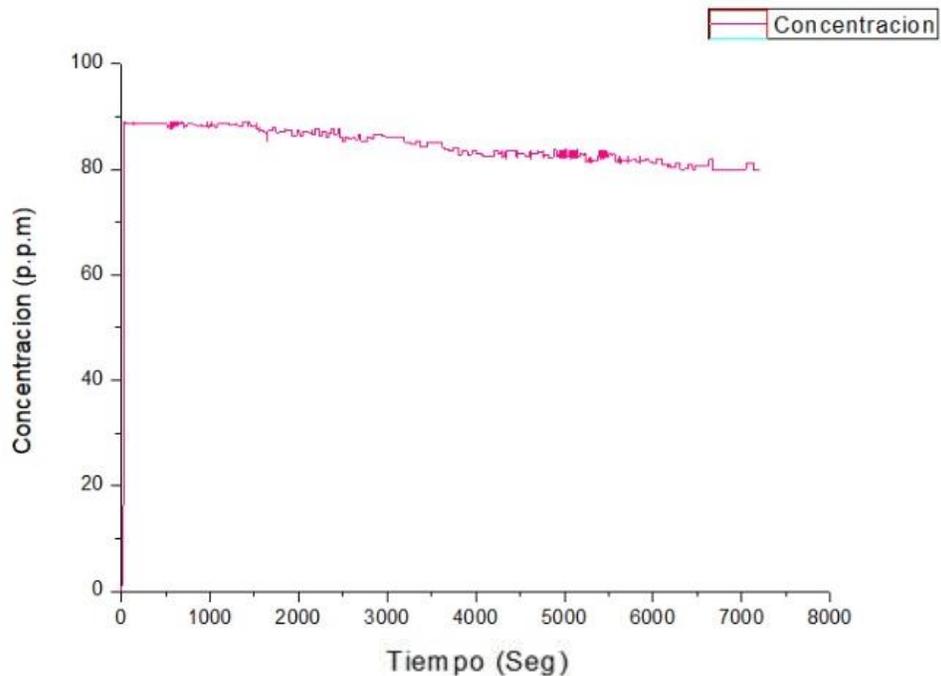
Tabla 10. Porcentaje de desprendimiento del mineral

| MATERIAL | Masa de las películas (g) | | % masa desprendido |
|----------|---------------------------|---------|--------------------|
| | ANTES | DESPUES | |
| Acero | 48.1395 | 47.9956 | 0.30% |
| Acetato | 9.8602 | 9.8533 | 0.07% |
| Madera | 2.0431 | 2.0329 | 0.50% |
| Vinilo | 1.9867 | 1.9645 | 1.12% |

3.5 PRUEBA DE FUGA DE LA CÁMARA DE CORROSIÓN

Esta prueba se realizó con el fin de tener la certeza que la cámara de corrosión no presentara fugas, se llevó a cabo la reacción de sulfuro de hidrógeno y se hizo el seguimiento durante dos horas. Como se evidencia en la gráfica 9, bajó de una concentración de 88 ppm a 80 ppm, teniendo una fuga de 8 ppm.

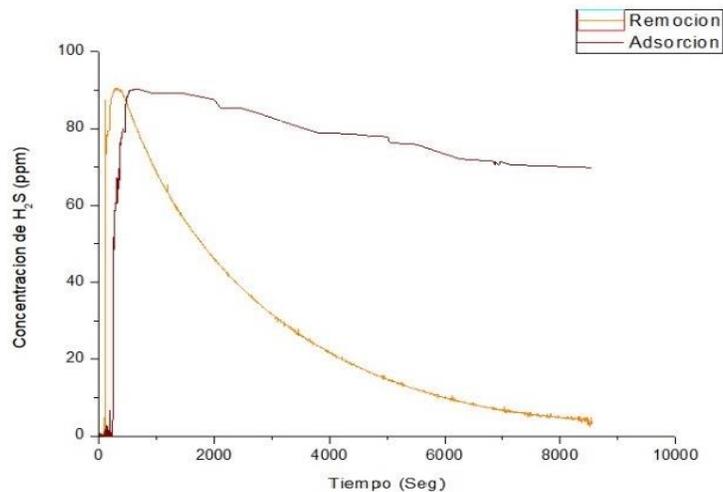
Gráfica 9. Prueba de fuga de la cámara de corrosión



3.6 PRUEBAS DE DEGRADACIÓN DE H₂S

3.6.1 Madera. La prueba de remoción y adsorción se llevó a cabo en un tiempo de dos horas y media como se muestra en la Gráfica 10.

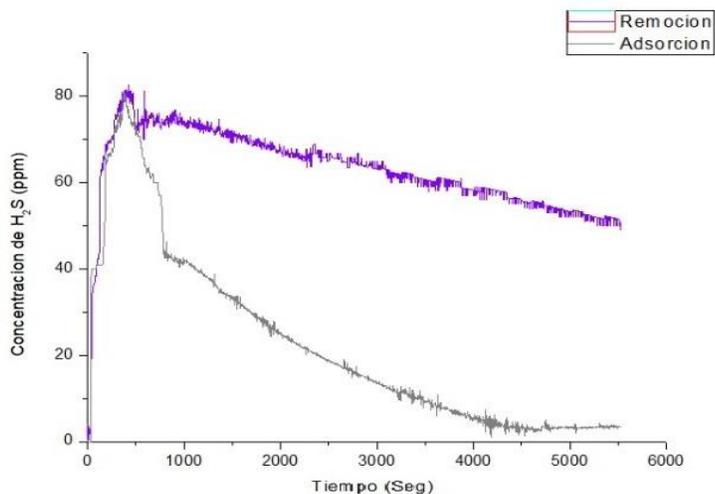
Gráfica 10. Degradación de H₂S en madera



Se observa que en la Gráfica 10 se obtuvo una remoción del 96.16% y una adsorción del 22.57%. En un tiempo de hora y cuarto se evidencia que la degradación va en un 80% esto se debe a la uniformidad y adherencia de las películas soportadas en este material.

3.6.2 Acetato. La prueba de remoción y adsorción se llevó a cabo en un tiempo de una hora y cincuenta minutos como se muestra en la Gráfica 11.

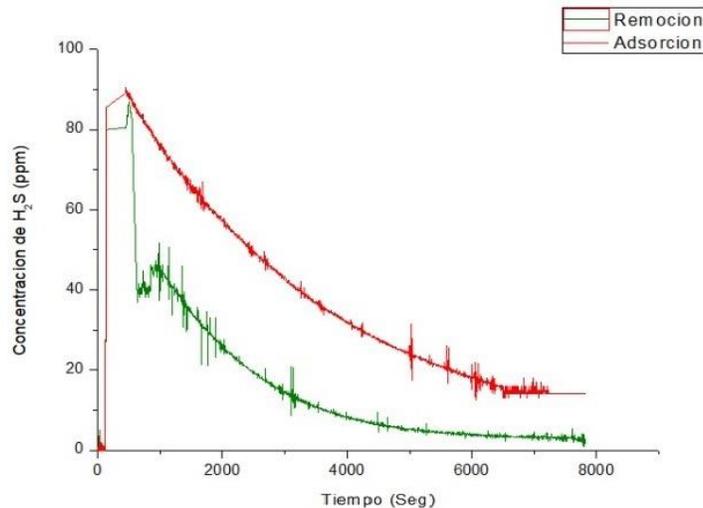
Gráfica 11. Degradación de H₂S en acetato



La película de acetato removió el 95.90 % y adsorbió el 37 % de H₂S. En esta gráfica se evidencia la sensibilidad del sensor debido a que se presentaron varias perturbaciones de medida en la lectura de la concentración del gas, además, se decidió no continuar con el proceso de degradación debido a que en hora y quince minutos la concentración de sulfuro de hidrógeno quedó constante en 4 ppm.

3.6.3 Vinilo. La prueba de remoción y adsorción se llevó a cabo en un tiempo de dos horas y veinte minutos como se muestra en la Gráfica 12.

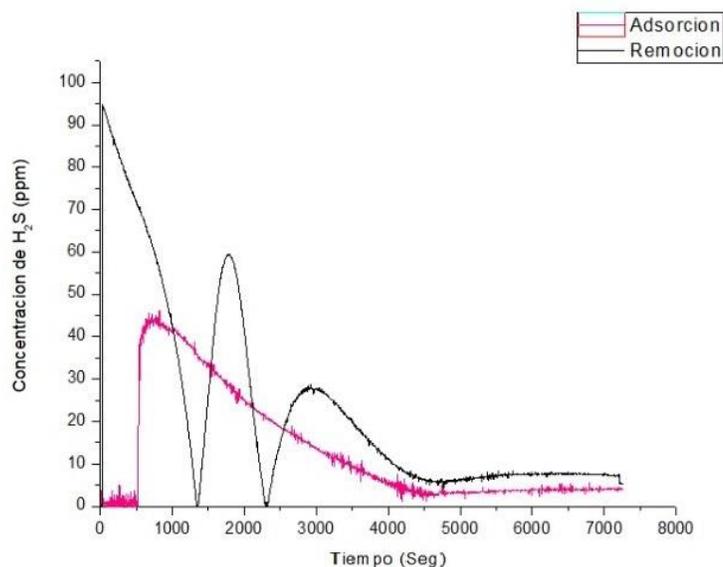
Gráfica 12. Degradación de H₂S en vinilo



La remoción de la película de vinilo fue de 98.23%, y la adsorción del 84.56%, este alto porcentaje de adsorción se debió a que la película no se comportó de manera inerte en el proceso reaccionando con el sulfuro de hidrógeno. En esta prueba se decidió no encender el ventilador hasta que se alcanzó los primeros 8 minutos lo que condujo un error en la medición de la concentración inicial del gas que se puede observar mediante la prueba de remoción.

3.6.4 Acero. La prueba de remoción y adsorción se llevó a cabo en un tiempo de dos horas y veinte minutos como se muestra en la Gráfica 13.

Gráfica 13. Degradación de H₂S en acero



La remoción de la película de acero fue de 95,53%, y la adsorción del 91,06% siendo este el material con mayor adsorción con respecto a la madera, acetato y vinilo debido a que el acero reaccionó con el sulfuro de hidrógeno llevando a cabo un proceso de oxidación. Además, se muestra un comportamiento atípico frente a las películas de ilmenita ya que este fotocatalizador cuando es activado, es decir, al encender los leds, adsorbe y probablemente ocurra una reacción reversible de este contaminante.

3.7 MATRIZ DE SELECCIÓN

Se realiza una evaluación cualitativa con el fin de seleccionar cual es el mejor material a usar como soporte teniendo en cuenta las características o ítems que cada uno presenta.

Tabla 11. Evaluación cualitativa

| ITEM / MATERIAL | Uniformidad (U) | Precio (P) | Actividad Fotocatalítica (D) | Adherencia (A) | Accesibilidad (X) | Total |
|-----------------|-----------------|------------|------------------------------|----------------|-------------------|-------|
| <i>Acetato</i> | 4 | 5 | 3 | 5 | 5 | 57 |
| <i>Acero</i> | 4 | 1 | 1 | 4 | 2 | 36 |
| <i>Madera</i> | 5 | 3 | 5 | 4 | 4 | 64 |
| <i>Vinilo</i> | 2 | 4 | 2 | 1 | 2 | 30 |

En la Tabla 11 se enseñan los valores obtenidos para cada ítem, teniendo en cuenta que involucra 5 propiedades fundamentales como lo son la uniformidad, el precio, la actividad fotocatalítica, adherencia y accesibilidad para comprarlo. A cada una de estas propiedades se le asignó una calificación de 0 a 5 donde 0 es la calificación mas baja y 5 la más alta, adicional a esto, se le da un peso a cada propiedad teniendo en cuenta cuál es la más importante, a continuación se muestra la ecuación para obtener estos valores.

Ecuación 5. Evaluación cuantitativa

$$\psi = 5D + 3U + 3A + 2P + X$$

La madera arrojó un resultado de 57 teniendo el valor más alto a comparación de los otros materiales, lo que significa que es el mejor material a soportar la ilmenita.

3.8 CARACTERIZACIONES DE LOS SOPORTES

La caracterización de los depósitos de ilmenita, se realizó mediante la revisión de la estructura con una lente sigma 70-300m F4-5.6 Dg Macro con el fin de notar la homogeneidad y uniformidad de las películas.

3.8.1 HOMOGENEIDAD DE LOS DEPÓSITOS. En la figura 10 se puede observar el resultado de la película de vinilo en la cual se nota que en este depósito se presentaron espacios entre partículas de ilmenita (puntos blancos) y no se obtuvo una uniformidad en todo el soporte. Este resultado también se presentó en los soportes de acetato, debido a que se usó el mismo primer en ambos tipos de plástico.

En la figura 11 también se presentan espacios blancos esto se debe al tipo de primer que se usó, no obstante, la película presenta uniformidad y homogeneidad.

Respecto al soporte de la madera, se evidencia en la figura 12 la homogeneidad y uniformidad de toda la película debido a que las partículas de ilmenita quedaron altamente adheridas a este soporte.

Figura 12. Resultado soporte vinilo



Figura 13. Resultado soporte acero



Figura 14. Resultado soporte madera



3.8.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X - DRX

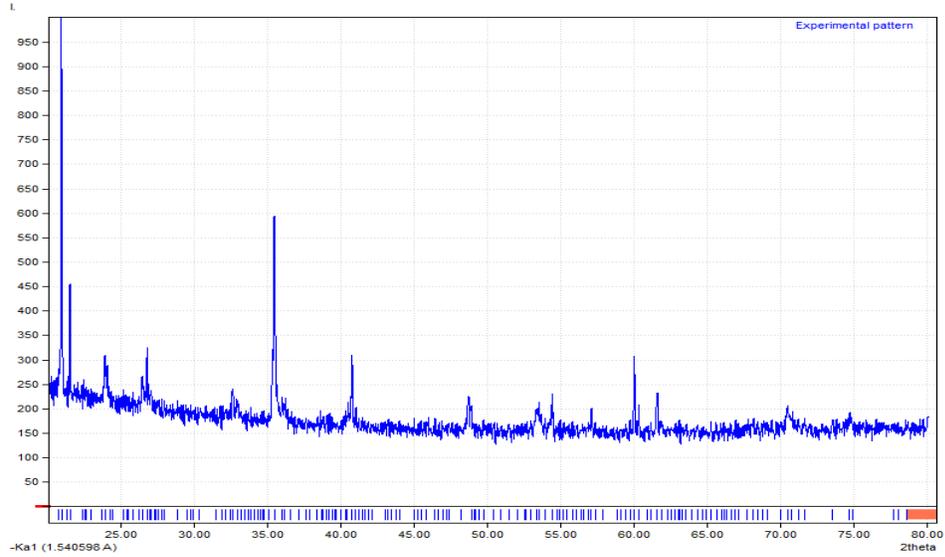
Los resultados de DRX de las cuatro muestras se llevaron a cabo con el programa Xpert Highscore en donde se pudo comparar las líneas de difracción de cada soporte.

- **Soporte madera.** En la caracterización del soporte de madera las líneas de difracción evidencian la presencia de la fase FeTiO_3 . Picos intensos a: 35° ⁷³

⁷³ LV, Wei; et. al. Isothermal oxidation kinetics of ilmenite concentrate powder from Panzhihua in air. En: Powder Technology. vol. 320, p. 239-248

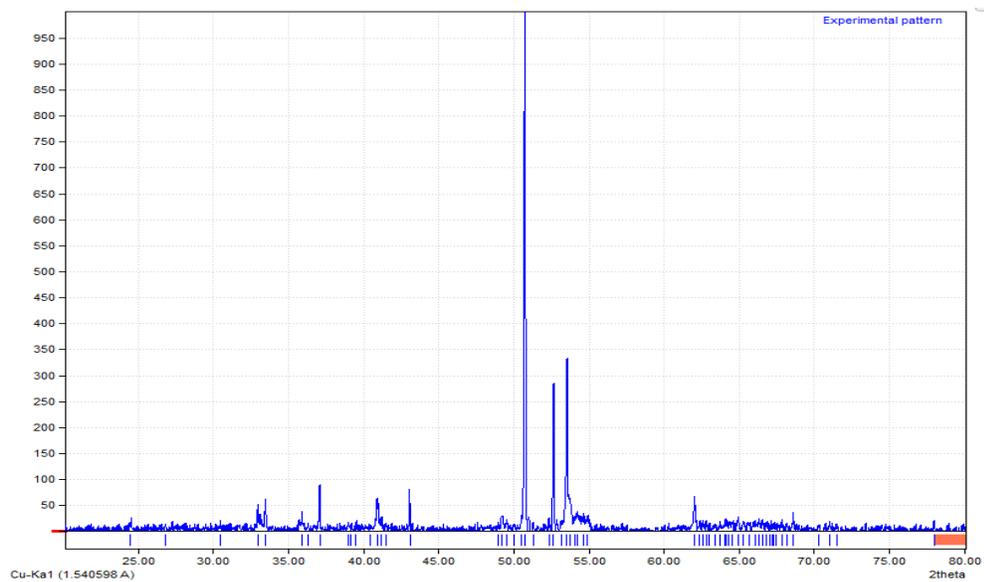
indicando la presencia de ilmenita perteneciente a códigos de 01-073-1255, 01-075-1211 y 00-029-0733.

Figura 15. Difracción de rayos X madera



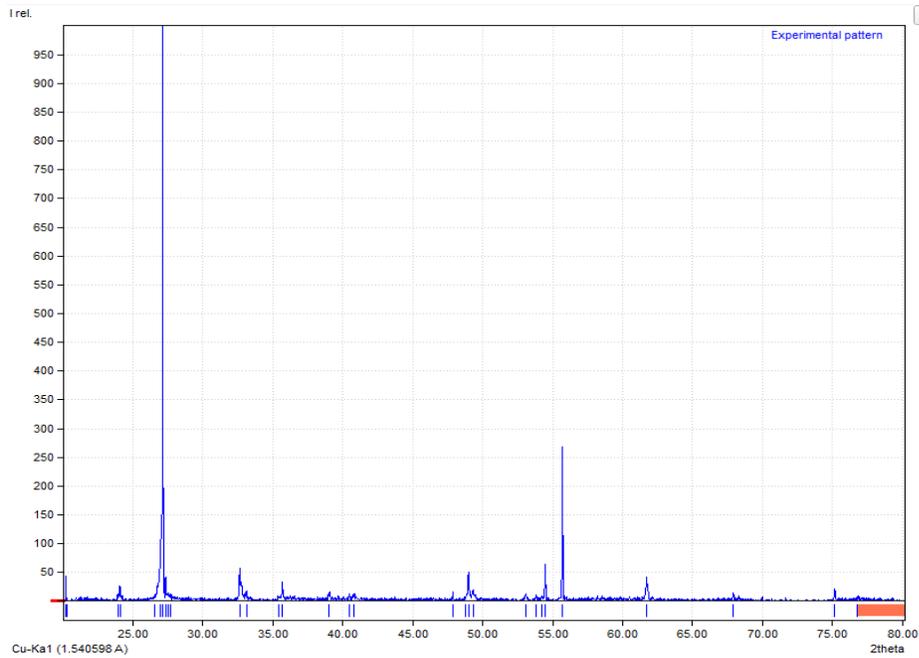
- **Soporte vinilo.** En la caracterización del soporte de vinilo las líneas de difracción evidencian la presencia de TiO_2 en fase rutilo en picos intensos a 52° y 54° perteneciente al código 01-077-0444. Este resultado verifica el porcentaje de adsorción de la prueba de degradación de sulfuro de hidrógeno debido a que el TiO_2 necesita una modificación para que este pueda trabajar en el rango de luz UV.

Figura 16. Difracción de rayos X vinilo



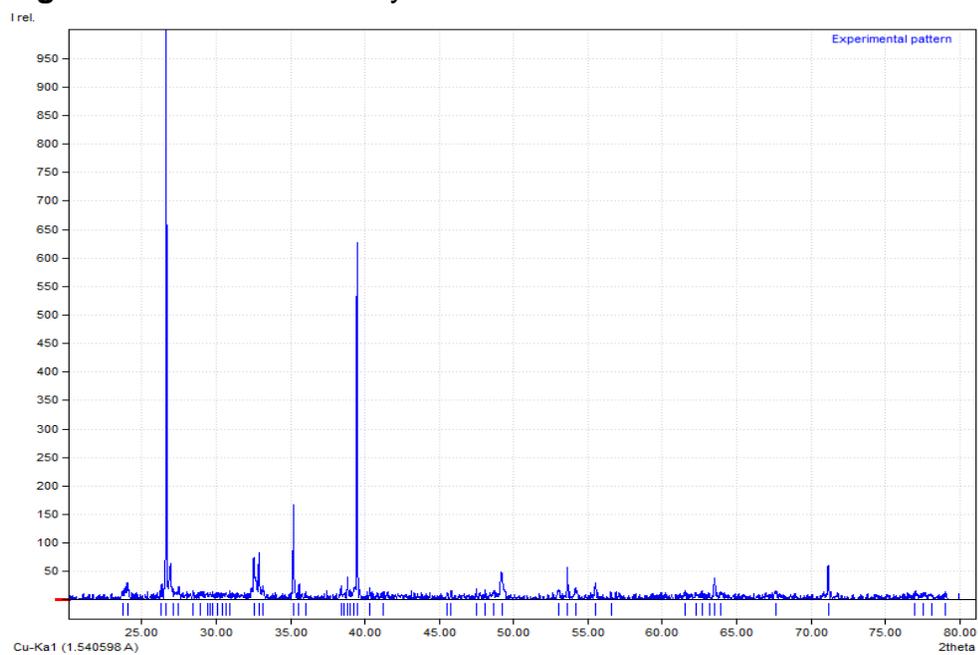
- **Soporte acetato.** En la caracterización del soporte de acetato las líneas de difracción evidencian la presencia de óxido de titanio de hierro en pico 28° e ilmenita en pico de 56° con código de referencia 01-073-2233, 01-075-1212 respectivamente. Este resultado demuestra el alto grado de pureza de la ilmenita.

Figura 17. Difracción de rayos X acetato



- **Soporte acero.** En la caracterización del soporte de acero las líneas de difracción evidencian la presencia de ilmenita a picos de 27°, 35° y 39° con referencia de códigos 01-075-1212, 01-073-1631 y 01-084-1595. Los picos más relevantes de esta difracción son pertenecientes a ilmenita, pseudobrokita con fórmula química de Fe_2TiO_5 y maghemita. Este resultado demuestra que el soporte no presentó un carácter inerte debido a que reaccionó con la ilmenita convirtiéndola en pseudobrokita y maghemita.

Figura 18. Difracción de rayos X acero



4. CONCLUSIONES

- La ilmenita sin ningún tipo de modificación presentó mejor actividad fotocatalítica a comparación de la modificada térmica y químicamente con una remoción de AM del 85,57% en luz ultra violeta y 79,81% en luz visible.
- El método de adhesión es de fácil aplicación y demostró uniformidad, adherencia y actividad fotocatalítica soportando el mineral en acetato, madera y acero con una remoción de H₂S de 95,10%, 96,16% y 95,63% respectivamente, en el vinilo no presentó una buena uniformidad, sin embargo el porcentaje de remoción fue de 98,23% y en la tela granité no fue posible soportar la ilmenita.
- Se fabricó un dispositivo fotocatalítico que logró la remoción de un 98.23% del sulfuro de hidrógeno producido mediante una reacción insitu de sulfuro de sodio con ácido clorhídrico, debido a disposición de las películas y los leds. A esto se le añade el ventilador que se encuentra al interior de la cámara de corrosión cumpliendo la función de dispersar el contaminante en toda la cámara para mejorar la lectura del sensor.
- En la comparación realizada en diversos materiales, la madera fue el soporte que obtuvo un 96.16% de remoción y una absorción del 22.57% demostrando un porcentaje de degradación de 73,57%, una excelente adherencia (0,5% de desprendimiento) y uniformidad, además es económico y de alta accesibilidad, en contraposición con materiales como tela granité en la cual no se logró la adherencia del mineral.

5. RECOMENDACIONES

- Probar el semiconductor con otro tipo de contaminantes que se encuentren en fase gaseosa para evaluar su proceso fotocatalítico.
- Utilizar otra fuente de obtención del sulfuro de hidrógeno.
- Realizar pruebas de saturación a las películas de ilmenita antes de realizar el proceso de degradación.
- Usar otro tipo de agente de adhesión (primer) más económico que el usado en esta investigación.
- Revisar la actividad fotocatalítica del acero con otro contaminante.
- Comparar el porcentaje de degradación de sulfuro de hidrógeno respecto a la norma vigente en la legislación colombiana.

BIBLIOGRAFÍA

AGUILERA, Pedro and GUTIERREZ, Francisco. High performance regenerative adsorption of hydrogen sulfide from biogás on thermally-treated sewage-sludge. En: Fuel Processing Technology. 2016 vol. 145, p. 148-156

A.M, Al-Sabagh, et al. Influence of ilmenite ore particles as pigment on the anticorrosión and mechanical performance properties of polyamine cured epoxy for internal coating of gas transmission pipelines. En: Egyptian Journal of Petroleum. 2017, no. 1

ATSDR. Hydrogen Sulfide. [en línea] <
<https://www.atsdr.cdc.gov/MHMI/mmg114.pdf>> [citado el 29 de Noviembre de 2017]

AGENCY OF TOXIC SUBSTANCES AND DISEASE REGISTRY. Hydrogen Sulfide-ToxFAQs. (CAS No.7783-06-4). Atlanta, Georgia, 2014, p. 1-2

BAHNEANN, Detlef; MENDIVE, Cecilia. Mechanisms in Heterogeneous Photocatalysis: Titania under UV and Visible Light Illumination. En: Encyclopedia of Materials: Science and Technology. 2017. vol. 2, p.1-5

BEDINGER, George. Titanium Mineral Concentrates. En: U.S. Geological Survey, Mineral Commodity Sumaries. 2013 p. 172-173

BELEÑO AYALA, Jeisson Andrés y QUIÑONES SEGURA, Cesar Augusto. Adecuación de un reactor fotocatalítico para la degradación de H₂S en fase gaseosa con seguimiento en LabVIEW. BOGOTA. Fundación Universidad de America. 2017

BOCZKAJ, Grzegorz y FERNANDES, André. Wastewater treatment by means of advanced oxidation processes at basic pH conditions: A review. En: Chemical Engineering Journal. 2017. vol. 320, p. 608-633

BYRNE, Ciara; SUBRAMANIAN, Gokulakrishnan y PILLAI, Suresh. Recent advances in photocatalysis for environmental applications. En: Journal of Environmental Chemical Engineering. 2017. vol. 10 p.34-38.

BYRNE, Ciara; SUBRAMANIAN, Gokulakrishnan y PILLAI, Suresh. Recent advances in photocatalysis for environmental applications. En: Journal of Environmental Chemical Engineering. 2017 Vol. 10 p.34-38

CANELA, Maria, et. al. Gas-phase destruction of h₂s using TiO₂/UV-VIS. En: Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry. 1998 vol. 112, p. 73-80

CARDENAS SABOGAL, Cristhian Javier; PORRAS Rojas, Miguel Fernando y QUIÑONES SEGURA, César Augusto. Dimensionamiento y construcción de un foto-reactor agitado con aire en presencia de ilmenita para la degradación de azul de metileno Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América, 2015

CHEN, Pan, et al. Adsorption mechanism of lead ions at ilmenite/water interface and its influence on ilmenite flotability. En: Journal of Industrial and Engineering Chemistry.2017 vol: 53, p. 285-293

CHEN, Y, et al. The implementation of a data acquisition and service system based on HDF5. En: Fusion Engineering and Design. 2016 vol. 112, p. 975-978

CHEN,Y.H; Synthesis, characterization and dye adsorption of ilmenite nanoparticles. En: Journal of Non-Crystalline Solids. 2011 vol. 357, p. 136-139

CHONG,Meng Nan; JIN,Bo; CHOW,Christopher y SAINT,Chris. Recent developments in photocatalytic water treatment technology: A review. En: Water Research. 2010. Vol. 44, p. 2997-3027.

CORONA, L.G. Sensores y Actuadores: Aplicaciones con Arduino. Grupo Editorial Patria, 2016.

DEWIL, Raf; MANTZAVINOS, Dionissios; POULIOS, Ioannis; RODRIGO, Manuel. New perspectives for advances oxidation processes. En: Journal of Environmental Management. Vol 2017 195, p.93-99.
En: Journal of Photochemistry and Photobiology. En: A Chemistry.2017. vol., p. 431-443.

EPA, Environmental Protection Agency. Toxicological Review of Hydrogen Sulfide. (CAS No. 7783-06-4). Washington, DC, 2003, p. 2

FELLAH,Mehmet Ferdi. Adsorption of hydrogen sulfide as initial step of H₂S removal: A DFT study on metal exchanged ZSM-12 clusters. En: Fuel Processing Technology. 2016 vol. 144, p. 191-196

FENG,Yu, et al. Evaluation of the cycling performance of a sorbent for H₂S removal and simulation of desulfurization-regeneration processes. En: Chemical Engineering Journal. 2017 vol. 236, p. 1255-1265

FUJISHIMA,Akira; RAO,Tata N. y TRYK,Donald A. Titanium dioxide photocatalysis. En: Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews. vol. 1, no. 1, p. 1-21

GAO,Xinming, et. al. Highly sensitive and selective H₂S sensor base on porous ZnFe₂O₄ nanosheets. En: Sensor and Actuators B: Chemical. 2017 vol. 246, p. 662-672

GARCÍA-MUÑOZ,P., et al. Ilmenite (FeTiO₃) as low cost catalyst for advanced oxidation processes. En: Journal of Environmental Chemical Engineering. 3. vol. 4, no. 1, p. 542-548

GARCÍA-MUÑOZ,P , et al. Modified ilmenite as catalyst for CWPO-Photoassisted process under LED light. En: Chemical Engineering Journal. 2017 vol. 318, p. 89-94

GEORGE,Robin, et al. Environmentally benign TiO₂ nanomaterials for removal of heavy metal ions with interfering ions present in tap water. En: Materials Today Proceedings. vol. 3, no. 2, p. 162-166

GOMES,Oswaldo; WALDOMIRO,Borges; ANTONIO,Machado. Optimization of fipronil degradation by heterogeneous photocatalysis: Identification of transformation products and toxicity assessment. En: Water Research. 2017 vol 110, p. 133-140

HESHMATPOUR, Felora y ZARRIN, Saviz. A probe into the effect of fixing the titanium dioxide by a conductive polymer and ceramic on the photocatalytic activity for degradation of organic pollutants

HORMIGA HERNÁNDEZ, Angie Lorena; SANTOS CARVAJAL, Deya Marcela y QUIÑONES SEGURA, César Augusto. Diseño Conceptual y Construcción De Un Fotorreactor De Bajo Costo Utilizando TiO₂ Soportado En PVC. Bogotá D. C.: Fundación Universidad de América, 2015

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Documentación. Presentación de tesis trabajos de grado y otros trabajos de investigación. NTC 1486. Sexta actualización, Bogotá: el Instituto, 2008, p. 1

_____. Referencias bibliográficas, contenido, forma y estructura. NTC 5613. Bogotá: el Instituto, 2008, p. 12

_____Referencias documentales para fuentes de informaciones electrónicas. NTC 4490. Bogotá: el Instituto, 1998, p.12

JIANG,Jingjing, et al. Mechanisms of toxicity and development of an antidote. En: Scientific reports. 2016 vol. 6

JIN,Xiaoli, et al. Bismuth-rich bismuth oxyhalides for environmental and energy photocatalysis. En: Coordination Chemistry Reviews.2017 vol. 349, p. 84-101

KALANTARI,Samira and EMTIAZI,Giti. Comparison of Ilmenite and Nano-Ilmenite for Dye Removal and Antibacterial Activities. En: Journal of Nanosciences: Current Research. 2016 vol. 1

KANJANARONG,Jarupat, et al. Removal of hydrogen sulfide generated during anaerobic treatment of sulfate-laden wastewater using biochar: Evaluation of efficiency and Mechanisms. En: Bioresource Technology. 2017 vol. 234, p. 115-121.

KANJANARONG,Jarupat, et al. Removal of hydrogen sulfide generated during anaerobic treatment of sulfate-laden wastewater using biochar: Evaluation of efficiency and Mechanisms. En: Bioresource Technology. 2017, vol. 234, p. 115-121
MOLINARI,Raffaele; MARINO,Tiziana y ARGURIO,Pietro. Review Photocatalytic membrane reactors for hydrogen production from water. En: International Journal of Hydrogen Energy. 2014 vol. 39, p. 7247-7261

MORA MERA, César Augusto; MURCIA SANGUINO, Mario Leonardo y QUIÑONES SEGURA, César Augusto. Evaluación de la actividad fotocatalítica de La ilmenita modificada con ácido

MORENO,Luna, et al. Virtual instrumentation in LabVIEW for multiple optical characterizations on the same opto-mechanical system. En: Optik – International Journal for Light and Electron Optics. vol. 126, p. 1923-1929

MUÑOZ,Arango y HERNÁN,Raul. Recursos minerales de Colombia. Minerales de titanio. En: PGEI. 2017, p. 457-470

MORTON,Grant. Toxicology of the eye. En: Journal of toxicology.2008. vol. 6, p. 155-156

NAKATA,Kazuya y FUJISHIMA,Akira. TiO₂ photocatalysis: Design and applications. En: Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews. 9. vol. 13, no. 3, p. 169-189

NATIONAL INSTRUMENTS. Learn Labview. [en línea] Disponible en <http://www.ni.com/academic/learn_labview/esa/>

NATIONAL INSTRUMENTS. What is data acquisition?. [en línea] Disponible en <<http://www.ni.com/data-acquisition/what-is/esa/>>

NATIONAL INSTRUMENTS. NI USB-9219. [en línea] Disponible en <<http://sine.ni.com/nips/cds/view/p/lang/es/nid/205189>>

ORTIZ,Diogenes. Distribuidores de ilmenita. [Print(0)]. [Consultado el noviembre/152017]. Disponible en: <http://distribuidoresdeilmenita.com/>

OSHA. Hydrogen Sulfide. [en línea] <
https://www.osha.gov/OshDoc/data/Hurricane_Facts/hydrogen_sulfide_fact.pdf>
[citado el 29 de Noviembre de 2017]

PELAEZ, Miguel, et al. A review on the visible light active titanium dioxide photocatalysts for environmental applications. En: Applied Catalysis B: Environmental. 2012 Vol. 15, p. 331-349

PRTR (Registro estatal de emisiones y fuentes contaminantes), España. Ministerio de agricultura y medio ambiente. [Print(0)]. [Consultado el noviembre/152017]. Disponible en: <http://www.prtr-es.es/Diclorometano-DCM,15622,11,2007.html>

PORTELA GÓNGORA, Laura Liliana y QUIÑONES SEGURA, Cesar Augusto. Implementación de un dispositivo fotocatalítico para la prevención del deslustrado en piezas de oro expuestas a contaminación con H₂S. Bogotá, Fundación Universidad de América, 2016

RIDHA, Firas. Characterization of an ilmenite ore for pressurized chemical looping combustión. En: Applied energy. 2016.vol. 163, p.323-333.

RODRÍGUEZ VILLAMIL, Laura Milena; SÁENZ ROJAS Cindy Katerine. Evaluación de la efectividad del TiO₂ para la disminución de concentración de H₂S gaseoso a nivel de laboratorio. Bogotá D.C., Fundación Universidad de América, 2011

RU-BIN, Lee, et.al. Properties and photodegradation kinetic on Reactive Black 5 dye. En: Chinese Chemical Letters. 2017 vol. 28, p. 1613-1618.

SIMPRADITPAN, Athapon. Effect of calcination temperature on structural and photocatalyst properties of nanofibers prepared from low-cost natural ilmenite mineral by simple hydrothermal method. En: Materials research bulletin. Mayo, 2013, vol. 48, p. 3211-3217

SPELTINI, Andrea, et al. Evaluation of UV-A and solar light photocatalytic hydrogen gas evolution from olive mill wastewater. En: International Journal of Hydrogen Energy. 2015 vol. 40, p. 4303-4310

SUMATHI, S. Labview based advanced instrumentation systems. Ed. 12. New York. Springer 2007

TOKODE, Oluwatosin; PRABHU, Radhakrishna; LAWTON, Linda y ROBERTSON, Peter. A photocatalytic impeller reactor for gas phase heterogéneos photocatalysis. En: Journal of Environmental Chemical Engineering. 2017 vol. 5, p. 3942-3948

TORRES, Juan, et al. Powders of iron (III)-doped titanium dioxide obtained by direct way from a natural ilmenite. En: Powder Technology. 2016 vol. 302, p. 254-260

YE, Jinshao; LIU, Juan; LI, Chongshu; ZHOU, Pulin; WU, Shuang; Ou, Huase. Heterogeneous photocatalysis of tris(2-chloroethyl) phosphate by UV/TiO₂: Degradation products and impacts on bacterial proteome. En: Water Research, 2017, vol 124 p. 29-38

YE, Jinshao; LIU, et al. Heterogeneous photocatalysis of tris(2-chloroethyl) phosphate by UV/TiO₂: Degradation products and impacts on bacterial proteome. En: Water Research, 2016 vol.124 p. 29-38

YING SHAN,Ang; MOHD,Tinia. Immobilisation of titanium dioxide onto supporting materials in heterogeneous photocatalysis: A review. En: Applied Catalysis A: General. 2010 vol. 389, p. 1-8

ZHANG,Wensheng; ZHU,Zhaowu; CHENG,Chu Yong. A literatura review of titanium metallurgical processes. En: Hydrometallurgy. 2011 vol. 108, p. 177-188

ZHANG,Xiaobo, et al. Shape controlled FeTiO₃ nanostructures: Crystal facet and photocatalytic property. En: Journal of Alloys and Compounds. 12/25. vol. 653, p. 619-623

ANEXOS

ANEXO A
SENSOR 65-2424RK



Gas Detection For Life

CALIBRATION CERTIFICATION FOR RKI INSTRUMENTS PRODUCT

Instrument Model: H2S Transmitter Part Number: 65-2424RK
 Serial Number: N/A

RKI Instruments, Inc. certifies that this instrument has been tested, inspected and calibrated by a qualified technician and was found to meet or exceed the manufacturer's specifications per ISO 9001 Quality System. The primary error source for this calibration is the accuracy of the gas. Gases are certified by the manufacturer at $\pm 1\%$ to $\pm 15\%$ by volume using a gravimetric method of analysis against NIST traceable weights. All test and calibration records are maintained at RKI Instruments Inc. This certificate shall not be reproduced except in full, without the written approval of RKI Instruments, Inc.

Test Conditions: 72 °F 35 RH

| Channel Number | Calibration gas & concentration | Fresh air reading | Span Set to | Gas Mfg. Co. Lot No. | Cyl Exp Month |
|----------------|---------------------------------|-------------------|-------------|------------------------|---------------|
| 1 | 25 PPM H2S | 100 mV | 200 mV | Air Liquide 401-588435 | Sep-19 |
| 2 | | | | | |
| 3 | | | | | |
| 4 | | | | | |
| 5 | | | | | |
| 6 | | | | | |
| 7 | | | | | |
| 8 | | | | | |

Instrument reading is within +/- 5% of Calibration Gas.

Note:

100mV = 0 PPM, 200mV = 25PPM

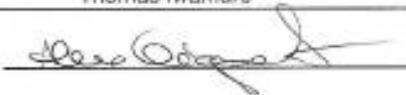
Standard used:

Fluke 87 Multimeter (DMM22) Serial# 92740560,

next calibration due date: July 13 2017.

Calibrated by: Thomas Iwamuro

Date: September 26, 2016

Calibration Certified by: 

Date: 9/26/16

RKI Instruments, Inc. • 33248 Central Avenue, Union City, CA 94687 • Phone (510) 441-5656 • (800) 754-5166 • Fax (510) 441-5660

World Leader In Gas Detection & Sensor Technology
www.rkiinstruments.com

Overview

This manual describes the 65-2424RK hydrogen sulfide (H₂S) transmitter. This manual also describes how to install, start up, maintain, and calibrate the transmitter. A parts list at the end of this manual lists replacement parts and accessories for the H₂S transmitter.

Specifications

Table 1 lists specifications for the H₂S transmitter.

Table 1: Specifications

| | |
|-----------------|--|
| Target Gas | Hydrogen sulfide (H ₂ S) |
| Sampling Method | Diffusion |
| Input Voltage | 10 VDC - 30 VDC |
| Signal Output | 4 - 20 mA |
| Detection Range | 0 to 100 PPM (parts per million) |
| Accuracy | ± 5% of reading or ± 2 ppm H ₂ S (whichever is greater) |
| Response Time | 90% in 30 seconds |

WARNING: *When using the 65-2424RK, you must follow the instructions and warnings in this manual to assure proper and safe operation of the 65-2424RK and to minimize the risk of personal injury. Be sure to maintain and periodically calibrate the 65-2424RK as described in this manual.*

Description

This section describes the components of the H₂S transmitter. The transmitter consists of the H₂S sensor, sealing spacer, amplifier printed circuit board (PCB), and enclosure.

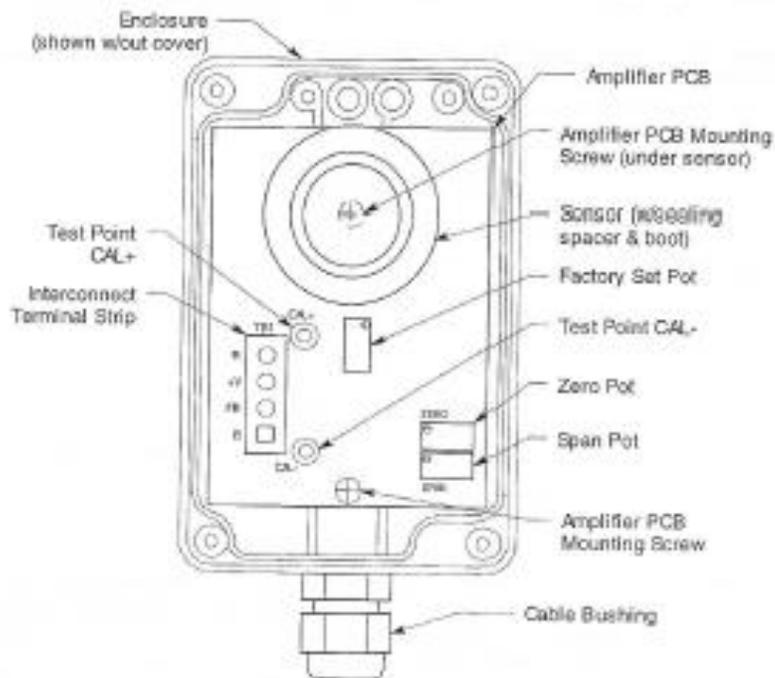


Figure 1: H₂S Transmitter Component Location

H₂S Sensor

The sensor is cylindrical with the sensing face on the top and the connection pins on the bottom. The sensor plugs into the amplifier PCB with the four pins. The sensor is exposed to the ambient air through an opening in the enclosure cover. Through a series of chemical and electrical reactions, the sensor produces an electrical output that is proportional to the detection range of the transmitter.

Sealing Spacer

The ring shaped plastic sealing spacer fills a gap in the rubber boot that is installed on the sensor. The rubber boot is used to seal the sensor to the enclosure cover in both the CO and H₂S transmitters. In the CO transmitter the rubber boot also retains a charcoal filter. Since a charcoal filter is not used in the H₂S transmitter, the sealing spacer fills the space that would be filled by the charcoal filter's body.

Amplifier PCB

The amplifier PCB converts the electrical output from the sensor to a 4 to 20 mA signal (that is proportional to the detection range) and transmits the signal to a gas monitoring controller. The amplifier PCB includes the interconnect terminal strip, sensor sockets, span pot, zero pot, and test points (see Figure 1).

ANEXO B

SENSOR MQ-136



炜盛科技 Zhengzhou Winsen Electronics Technology Co., Ltd

www.winsentech.com

MQ136 Gas Sensor for Hydrogen Sulfide

Profile

Sensitive material of MQ136 gas sensor is SnO₂, which with lower conductivity in clean air. When H₂S gas exists, the sensor's conductivity gets higher along with the gas concentration rising. Users can convert the change of conductivity to correspond output signal of gas concentration through a simple circuit. MQ136 gas sensor has high sensitivity to H₂S gas, also can monitor organic vapour including sulfur well. It a kind of low-cost sensor for kinds of applications.



Features

It has good sensitivity to H₂S gas in wide range, and has advantages such as long lifespan, low cost and simple drive circuit &etc.

Main Applications

It is widely used in domestic H₂S gas alarm, industrial H₂S gas leakage alarm and portable H₂S gas detector.

Technical Parameters Stable.1

| | | | |
|---|-----------------------|---|---|
| Model | | MQ136 | |
| Sensor Type | | Semiconductor | |
| Standard Encapsulation | | Bakelite, Metal cap | |
| Target Gas | | Hydrogen Sulfide(H ₂ S gas) | |
| Detection range | | 1~200ppm | |
| Standard Circuit Conditions | Loop Voltage | V _L | ≤24V DC |
| | Heater Voltage | V _H | 5.0V±0.1V AC or DC |
| | Load Resistance | R _L | Adjustable |
| Sensor character under standard test conditions | Heater Resistance | R _H | 29Ω±3Ω (room tem.) |
| | Heater consumption | P _H | ≤900mW |
| | Sensitivity | S | R _s (in air)/R _s (50ppm H ₂ S)≥3 |
| | Output Voltage | ΔV _s | ≥0.5V(in 50ppm H ₂ S) |
| | Concentration Slope | α | ≤0.6(R _s 200ppm/R _s 50ppm H ₂ S) |
| Standard test conditions | Tem. Humidity | 20°C±2°C; 55%±5%RH | |
| | Standard test circuit | V _L : 5.0V±0.1V; V _H : 5.0V±0.1V | |
| | Preheat time | Over 48 hours | |

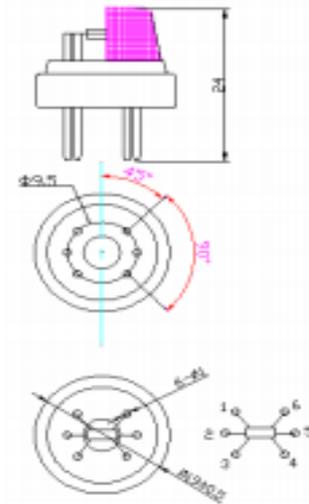


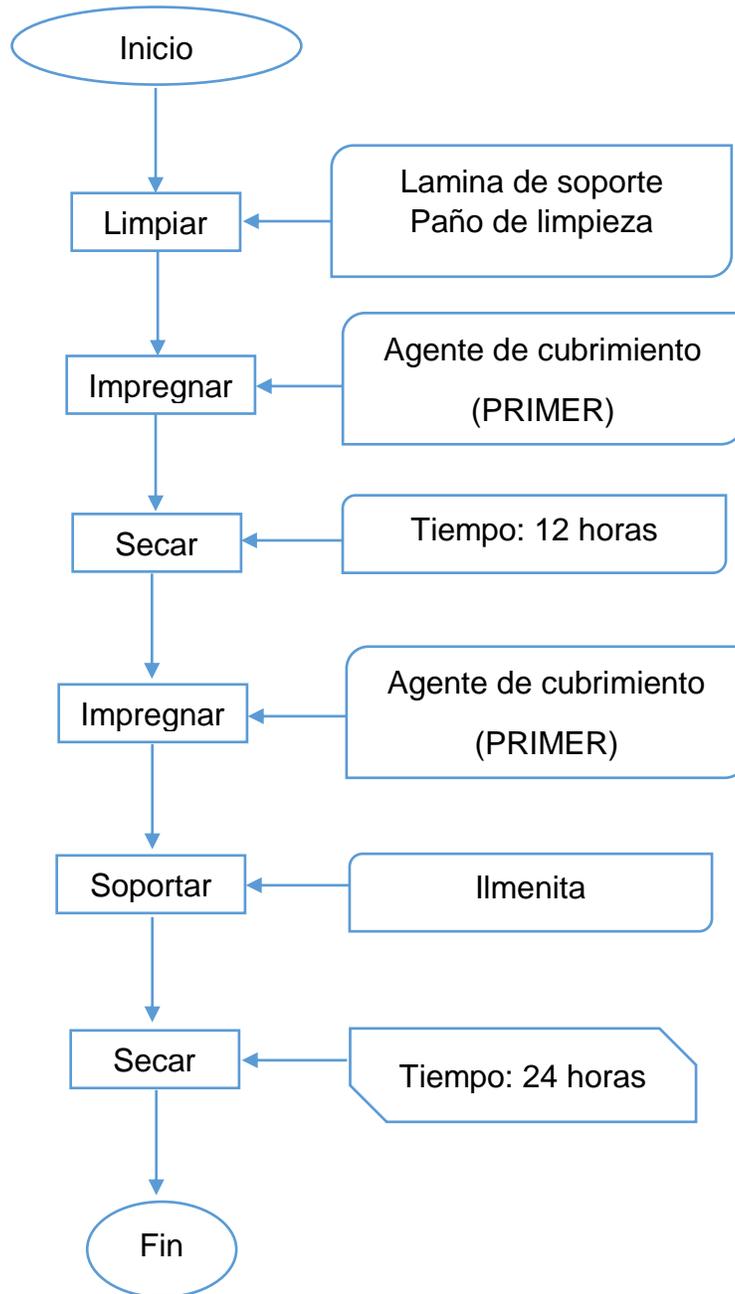
Fig1.Sensor Structure

Unit: mm

NOTE: The change of Output voltage(ΔV_s) is the difference value between V_L in test environment and

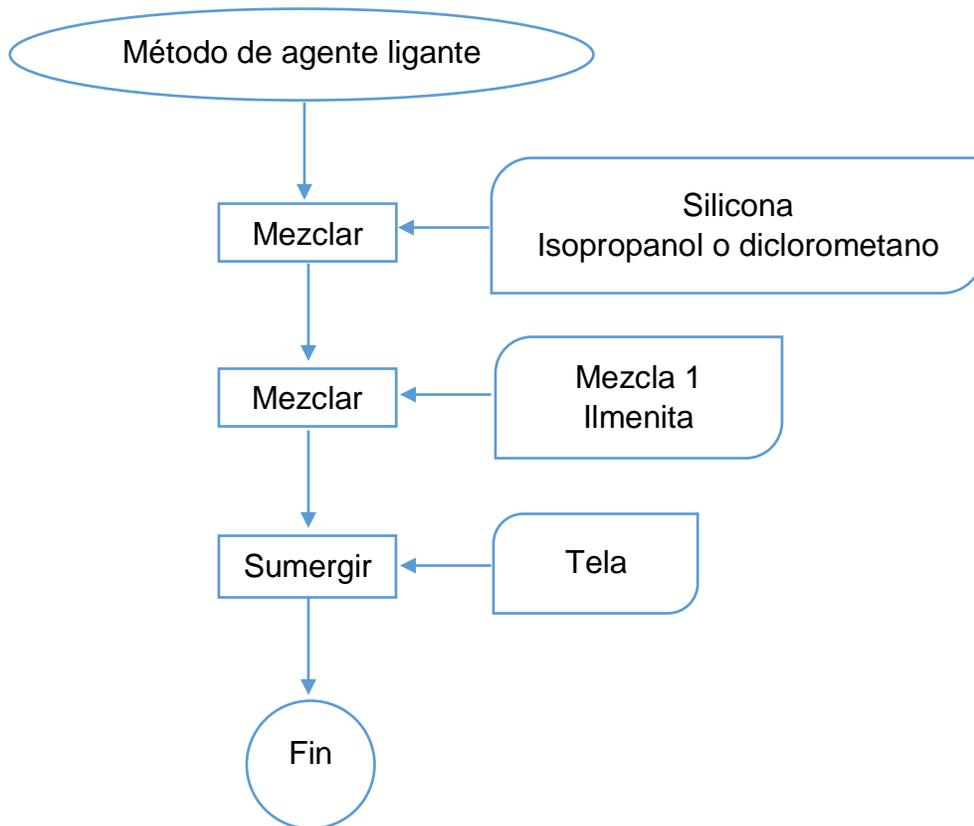
ANEXO C

PROCESO DEL METODO DE FIJACION DE ADHESION



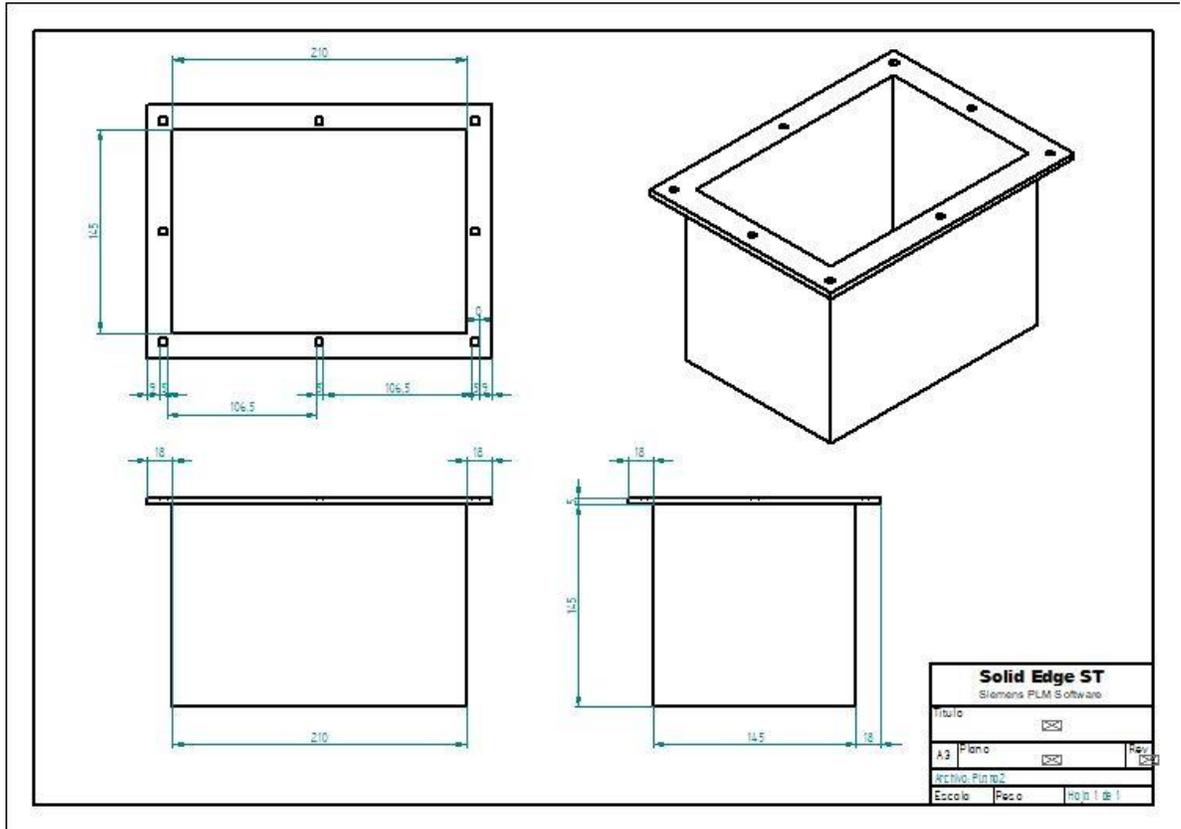
ANEXO D

PROCESO DE METODO DE AGENTE LIGANTE



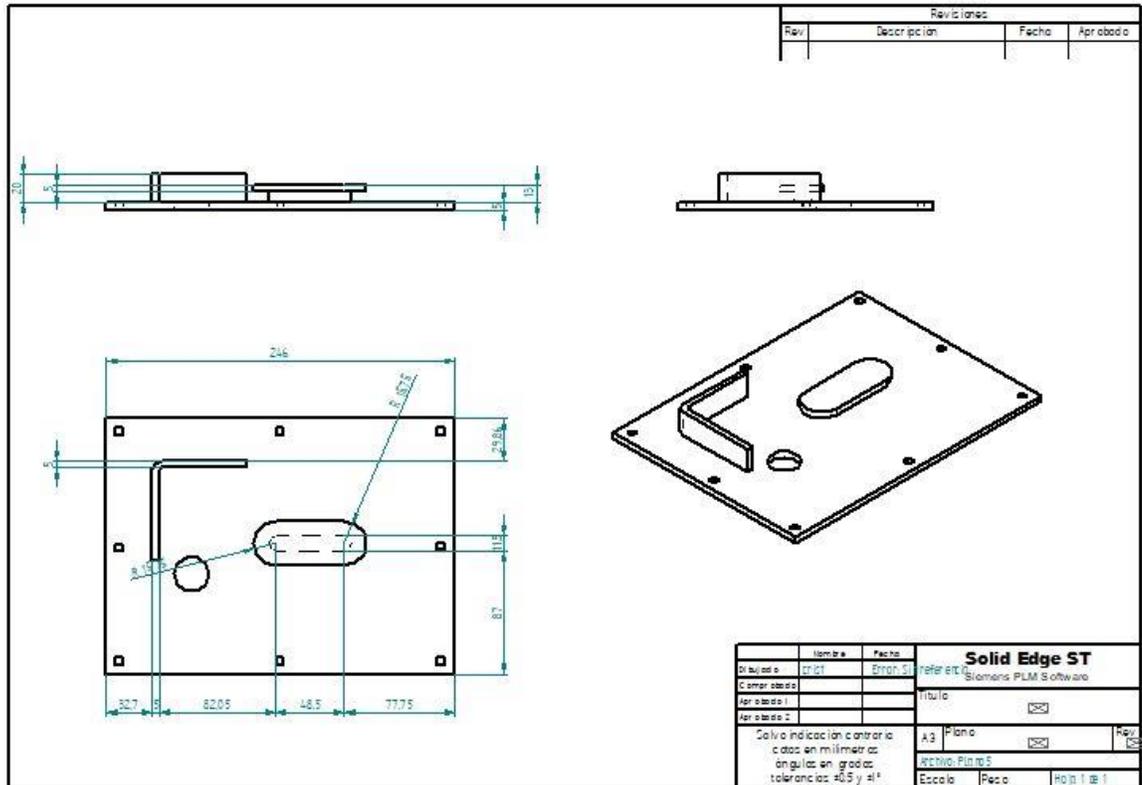
ANEXO E

PLANO DE LA CÁMARA DE CORROSIÓN

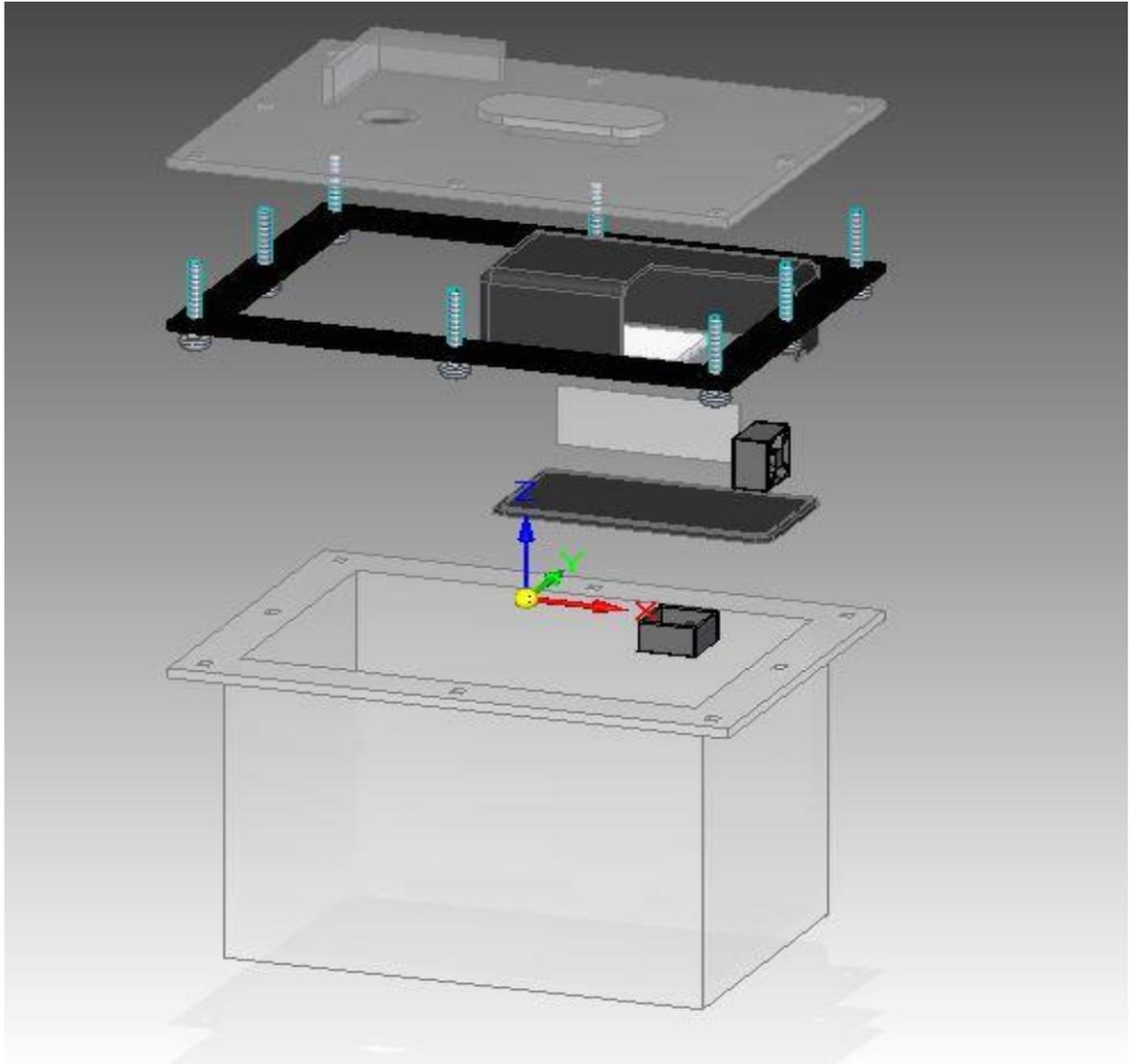


ANEXO F

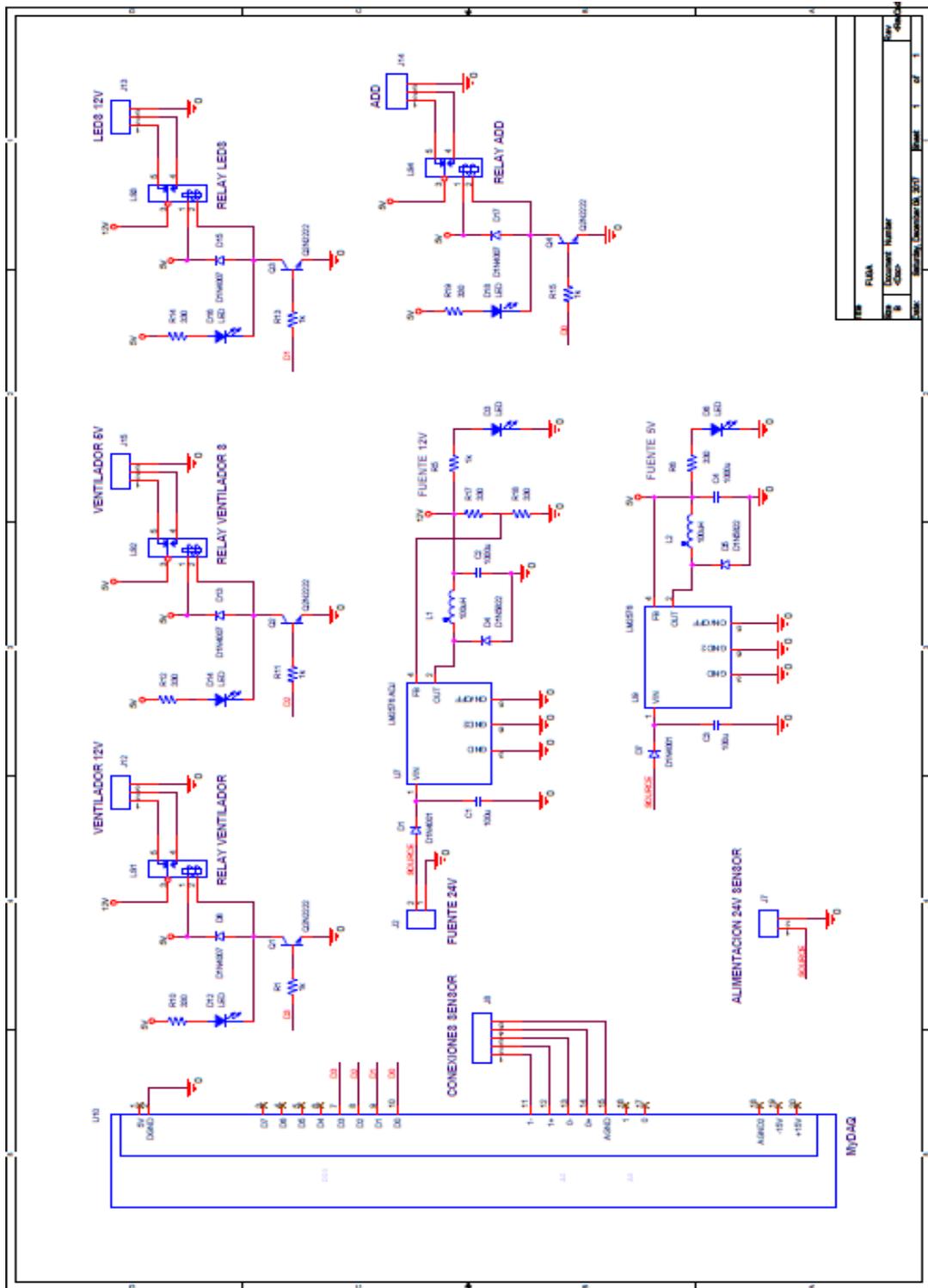
PLANO DE LA TAPA DE LA CÁMARA DE CORROSIÓN



ANEXO G
ESQUEMA CÁMARA DE CORROSIÓN



ANEXO H CIRCUITO ELÉCTRICO



| | |
|-------|---------------------------|
| TEMP | PUMA |
| REV | Document Number |
| FE | 03/09/2017 |
| DESC | Sensores, Circuito de 24V |
| FECHA | 1 |
| DE | 1 |

| | | |
|---|--|--------------|
|  | FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA | Código: |
| | PROCESO: GESTIÓN DE BIBLIOTECA | Versión 0 |
| | Autorización para Publicación en el Repositorio Digital Institucional – Lumieres | Julio - 2016 |

AUTORIZACIÓN PARA PUBLICACIÓN EN EL REPOSITORIO DIGITAL INSTITUCIONAL LUMIERES

Nosotras Diana Catalina González Freire y Lina María Naisa Díaz en calidad de titulares de la obra **Evaluación de la actividad fotocatalítica de películas de ilmenita para la degradación de H₂S en fase gaseosa**, elaborada en el año 2017, autorizamos al **Sistema de Bibliotecas de la Fundación Universidad América** para que incluya una copia, indexe y divulgue en el Repositorio Digital Institucional – Lumieres, la obra mencionada con el fin de facilitar los procesos de visibilidad e impacto de la misma, conforme a los derechos patrimoniales que me(nos) corresponde(n) y que incluyen: la reproducción, comunicación pública, distribución al público, transformación, en conformidad con la normatividad vigente sobre derechos de autor y derechos conexos (Ley 23 de 1982, Ley 44 de 1993, Decisión Andina 351 de 1993, entre otras).

Al respecto como Autores manifestamos conocer que:

- La autorización es de carácter no exclusiva y limitada, esto implica que la licencia tiene una vigencia, que no es perpetua y que el autor puede publicar o difundir su obra en cualquier otro medio, así como llevar a cabo cualquier tipo de acción sobre el documento.
- La autorización tendrá una vigencia de cinco años a partir del momento de la inclusión de la obra en el repositorio, prorrogable indefinidamente por el tiempo de duración de los derechos patrimoniales del autor y podrá darse por terminada una vez el autor lo manifieste por escrito a la institución, con la salvedad de que la obra es difundida globalmente y cosechada por diferentes buscadores y/o repositorios en Internet, lo que no garantiza que la obra pueda ser retirada de manera inmediata de otros sistemas de información en los que se haya indexado, diferentes al Repositorio Digital Institucional – Lumieres de la Fundación Universidad América.
- La autorización de publicación comprende el formato original de la obra y todos los demás que se requiera, para su publicación en el repositorio. Igualmente, la autorización permite a la institución el cambio de soporte de la obra con fines de preservación (impreso, electrónico, digital, Internet, intranet, o cualquier otro formato conocido o por conocer).
- La autorización es gratuita y se renuncia a recibir cualquier remuneración por los usos de la obra, de acuerdo con la licencia establecida en esta autorización.
- Al firmar esta autorización, se manifiesta que la obra es original y no existe en ella ninguna violación a los derechos de autor de terceros. En caso de que el trabajo haya sido financiado por terceros, el o los autores asumen la responsabilidad del cumplimiento de los acuerdos establecidos sobre los derechos patrimoniales de la obra.
- Frente a cualquier reclamación por terceros, el o los autores serán los responsables. En ningún caso la responsabilidad será asumida por la Fundación Universidad de América.
- Con la autorización, la Universidad puede difundir la obra en índices, buscadores y otros sistemas de información que favorezcan su visibilidad.

Conforme a las condiciones anteriormente expuestas, como autores establecemos las siguientes condiciones de uso nuestra obra de acuerdo con la **licencia Creative Commons** que se señala a continuación:

| | | |
|--|--|--------------|
|  Fundación Universidad de América | FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA | Código: |
| | PROCESO: GESTIÓN DE BIBLIOTECA | Versión 0 |
| | Autorización para Publicación en el Repositorio Digital Institucional – Lumieres | Julio - 2016 |

| | | |
|---|---|-------------------------------------|
|  | Atribución- no comercial- sin derivar: permite distribuir, sin fines comerciales, sin obras derivadas, con reconocimiento del autor. | <input type="checkbox"/> |
|  | Atribución – no comercial: permite distribuir, crear obras derivadas, sin fines comerciales con reconocimiento del autor. | <input checked="" type="checkbox"/> |
|  | Atribución – no comercial – compartir igual: permite distribuir, modificar, crear obras derivadas, sin fines económicos, siempre y cuando las obras derivadas estén licenciadas de la misma forma. | <input type="checkbox"/> |

Licencias completas: http://co.creativecommons.org/?page_id=13

Siempre y cuando se haga alusión de alguna parte o nota del trabajo, se debe tener en cuenta la correspondiente citación bibliográfica para darle crédito al trabajo y a su(s) autor(es).

De igual forma como autores autorizamos la consulta de los medios físicos del presente trabajo de grado así:


| AUTORIZAMOS | SI | NO |
|---|-------------------------------------|--------------------------|
| La consulta física (sólo en las instalaciones de la Biblioteca) del CD-ROM y/o Impreso | <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| La reproducción por cualquier formato conocido o por conocer para efectos de preservación | <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

| Información Confidencial: este Trabajo de Grado contiene información privilegiada, estratégica o secreta o se ha pedido su confidencialidad por parte del tercero, sobre quien se desarrolló la investigación. En caso afirmativo expresamente indicará (indicaremos), en carta adjunta, tal situación con el fin de que se respete la restricción de acceso. | SI | NO |
|---|--------------------------|-------------------------------------|
| | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> |

Para constancia se firma el presente documento en Bogotá D.C. a los 21 días del mes de Febrero del año 2018.

LOS AUTORES:

Autor 1

| Nombres | Apellidos |
|--------------------------------|---|
| Diana Catalina | González Freire |
| Documento de identificación No | Firma |
| 1.032.480.999 de Bogotá |  |

Autor 2

| Nombres | Apellidos |
|--------------------------------|------------|
| Lina María | Naisa Díaz |
| Documento de identificación No | Firma |
| 1.024.572.828 de Bogotá | LINA NAISA |