

**EVALUACIÓN DE LA REMOCIÓN FOTO-CATALÍTICA DE METANO (CH₄)
SOBRE PELÍCULAS DE DIÓXIDO DE TITANIO MODIFICADAS CON
NANOPARTICULAS DE PLATA BAJO LUZ VISIBLE**

PAOLA ANDREA MELGAREJO MENDIVELSO

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.
2020**

**EVALUACIÓN DE LA REMOCIÓN FOTO-CATALÍTICA DE METANO (CH₄)
SOBRE PELÍCULAS DE DIÓXIDO DE TITANIO MODIFICADAS CON
NANOPARTICULAS DE PLATA BAJO LUZ VISIBLE.**

PAOLA ANDREA MELGAREJO MENDIVELSO

**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.
2020**

Nota de aceptación:

Ingeniero Dany Jose Cardenas Romay

Ingeniero Claudio Alberto Moreno Arias

Bogotá D.C., Febrero de 2020

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 (E)

Dra. ALEXANDRA MEJÍA GUZMÁN

Secretaria General

Dra. ALEXANDRA MEJÍA GUZMÁN

Decano General de la Facultad de Ingenierías

Ing. JULIO CÉSAR FUENTES ARISMENDI

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 de los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente al autor.

Este trabajo va dedicado a Dios primeramente, mi fortaleza en todo tiempo mi guía y dirección, mi SALVADOR, a mis padres y mi hermana que son un apoyo fundamental en mi vida, a mi mamá por su apoyo sin límites y ser una persona incondicional, gracias por ser parte de mi vida, este trabajo es para ustedes.

Paola Andrea Melgarejo Mendivelso

AGRADECIMIENTOS

Agradezco primeramente a Dios que es mi todo, a mis padres y a mi hermana por ser un apoyo fundamental en el desarrollo del proyecto; A Maribel Mendivelso quien fue un apoyo fundamental ¡GRACIAS MAMÁ! gracias papás por inculcarme los valores hasta hoy en día me han formado, a mi papá le doy las gracias por guiarme a ser una mejor profesional y persona, gracias a mi hermana Laura por hacerme reír siempre.

Gracias a mi director, el Dr. Sc. Cesar Augusto Quiñones Segura quien deposito su confianza en mí y me permitió desarrollar este proyecto, a mis compañeros de fotoactivos, gracias a cada uno, gracias por cada momento; gracias a las personas que me ayudaron en el desarrollo del proyecto; Sonia Delgado muchas gracias por tu apoyo y amistad; gracias a Daniel por tu compromiso entrega y servicio a los demás, gracias por enseñarme el valor de la constancia y enseñarme que el que es fiel en lo poco Dios lo recompensará con mayores cosas; gracias a Diego Linares, por ayudarme en todo lo que necesitaba; gracias a Cristian por enseñarme y ayudarme cuando lo necesitaba; gracias a Julián por su ayuda; gracias a Valentina Mossos por su tiempo y dedicación. Gracias a Tatiana, fuiste un gran apoyo para el desarrollo de mi proyecto de grado, gracias por tu ayuda; gracias a Angy Pirazan por su apoyo y sinceridad, gracias a todos los chicos de Retos, los llevo a cada uno en mi corazón, gracias a Jorge Caicedo por su incondicionalidad, paciencia y amor; gracias a mis profesores de la Fundación Universidad de América, en especial al profesor Wilmar; agradezco a cada persona que Dios puso en el desarrollo de este proyecto.

Gracias Dios por darme esta oportunidad.

CONTENIDO

	pág.
RESUMEN	17
INTRODUCCIÓN	18
OBJETIVOS	20
1. MARCO TEÓRICO	21
1.1 PROCESOS AVANZADOS DE OXIDACIÓN	21
1.1.1 Fotocatálisis heterogénea	22
1.1.2 Dióxido de titanio (TiO ₂).	25
1.1.3 Dióxido de titanio modificado con nanopartículas de plata	27
1.2 TÉCNICAS DE DEPOSICIÓN	28
1.2.1 Técnica de deposición método spin coating	28
1.2.2 Técnica de deposición método dip coating	29
1.2.3 Técnica de deposición Doctor Blade	32
1.3 CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES FOTOCATALÍTICOS	32
1.3.1 Caracterización Morfológica (SEM)	33
1.3.2 Caracterización Estructural (DRX)	35
1.4 PRINCIPIOS DE ESPECTROFOTOMETRÍA	36
1.4.1 Ley de Lambert-Beer	37
1.5 GAS METANO	38
1.5.1 Gas natural	39
1.5.2 Metano como contaminante	40
1.5.3 Remoción de metano (CH ₄)	41
1.6 LABORATORY VIRTUAL INSTRUMENT ENGINEERING WORKBENCH (LabVIEW)	41
1.7 CINÉTICA QUÍMICA	43
1.7.1 Orden de la reacción	45
1.7.2 Constante cinética	46
2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	47
2.1 EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD FOTOCATALITICA DEL DIOXIDO DE TITANIO (TiO ₂) SIN MODIFICAR Y MODIFICADO	47
2.1.1 Protocolo de lavado de vidrios	47
2.1.2 Preparación y activación de la mezcla TiO ₂	49
2.1.3 Deposición de la mezcla por método spin coating	50
2.1.4 Deposición de la mezcla por método Doctor Blade	51

2.1.5 Modificación de películas de TiO ₂ con nanopartículas de plata	52
2.1.6 Curva de calibración con azul de metileno	59
2.1.7 Prueba de degradación de películas	61
2.2 MONITOREO CON labVIEW	63
2.2.1 VIs (Instrumentos virtuales)	64
2.2.1.1 Panel frontal y diagrama de bloques	64
2.2.2 Máquina de estados	65
2.2.3 Sistema de adquisición de datos	66
2.2.3.1 Sensores y transductores	67
2.2.3.1.1 Sensor de metano	67
2.2.3.1.2 Sensor LM35	68
2.2.3.1.3 Iluminación	68
2.2.3.1.4 Aireación	68
2.2.3.1.5 Ventilación	69
2.3 DEGRADACIÓN DE METANO (CH ₄) EN EL FOTO-REACTOR	71
2.3.1 Adecuación del foto-reactor	71
2.3.2 Disposición de dispositivo fotocatalítico	71
2.3.3 Ubicación de los elementos	71
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS	72
3.1 ELABORACIÓN DE PELÍCULAS	72
3.1.1 Películas TiO ₂ obtenidas	72
3.1.2 Proceso de calcinación	73
3.1.3 proceso de degradación.	76
3.1.4 Pruebas de adherencia películas sin modificar	78
3.1.5 Modificación de películas con NP's Ag	78
3.1.6 Pruebas de adherencia películas modificadas	83
3.2 CARACTERIZACIONES	83
3.2.1 Caracterización por SEM películas de TiO ₂ sin modificar	83
3.2.2 Caracterización por SEM películas de TiO ₂ modificadas con NP's Ag	85
3.2.3 Caracterización por DRX películas de TiO ₂ modificadas con NP's Ag	87
3.3 FOTOREACTOR	88
3.3.1 Control de fugas	89
3.3.2 Degradación de metano sobre películas	90
3.3.2.1 Fase oscura	90
3.3.2.2 Fase de remoción	91
3.3.3 Diseño de experimentos	91
3.3.4 Cinética de reacción	97

3.3.4.1 Cinética de reacción sobre películas de TiO ₂ modificadas con NP's Ag de plata bajo luz visible en presencia de ventilador orden cero	98
3.3.4.2 Cinética de reacción sobre películas de TiO ₂ modificadas con NP's Ag de plata bajo luz visible en presencia de ventilador primer orden.	99
3.3.4.3 Cinética de reacción sobre películas de TiO ₂ modificadas con NP's Ag de plata bajo luz visible en presencia de ventilador segundo orden.	100
3.3.5 Constante de velocidad	100
4. CONCLUSIONES	101
5. RECOMENDACIONES	102
BIBLIOGRAFÍA	103
ANEXOS	114

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Diagrama de bandas de energía de un semiconductor	23
Figura 2. Esquema del proceso fotocatalítico sobre una partícula semiconductor de TiO_2	24
Figura 3. Anatasa estructura cristalina	27
Figura 4. Diferentes etapas del Spin Coating	29
Figura 5. Detalle de los patrones de flujo (líneas de corriente) Durante el proceso de recubrimiento por inmersión	30
Figura 6. Proceso de inmersión y extracción de la Película (E-Flex, 2016)	31
Figura 7. Microscopio electrónico de barrido SEM	34
Figura 8. Espectro electromagnético	36
Figura 9. Distribución del gas natural	40
Figura 10. Partes de un Sistema DAQ	42
Figura 11. MyDAQ dispositivo de adquisición de datos	43
Figura 12. Proceso de lavado de vidrios	48
Figura 13. Spin Coating, Universidad Nacional de Colombia	50
Figura 14. Protocolo de deposición de mezcla TiO_2 por el método Spin Coating	51
Figura 15. Protocolo de deposición de mezcla TiO_2 por el método Doctor Blade	52
Figura 16. Protocolo para la elaboración de películas $\text{TiO}_2/\text{NPs Ag}$.	54
Figura 17. Método 1. Fotorreducción.	55
Figura 18. Método 2. Fotorreducción - poliol.	56
Figura 19. Método 3. Síntesis verde de nanopartículas de plata usando extracto de miel de abeja	57
Figura 20. Método 4. Síntesis verde- poliol	58
Figura 21. Longitud de onda para el azul de metileno	60
Figura 22. Soluciones de Azul de Metileno se 1 ppm a 10 ppm	60
Figura 23. Fotorreactor para las degradaciones de azul de metileno	62
Figura 24. Patrón de máquina de estados	63
Figura 25. Panel frontal	64
Figura 26. Termocupla o termopar, efecto Seebeck	68
Figura 27. Diagrama de conexiones	70
Figura 28. Películas obtenidas por los métodos Spin	72
Figura 29. Películas obtenidas por el método Spin Coating	73
Figura 30. Películas calcinadas a 700°C .	74
Figura 31. Películas de TiO_2 depositadas por Spin Coating calcinadas a 650°C .	74
Figura 32. Películas de TiO_2 depositadas por Spin Coating calcinadas a 700°C	75
Figura 33. Películas de TiO_2 depositadas por Doctor Blade calcinadas a 650°C	75

Figura 34. Prueba de adherencia en agua de películas de TiO ₂	78
Figura 35. Evolución del color de las disoluciones de nanopartículas de plata por el método síntesis verde-polioi	82
Figura 36. Prueba de adherencia en agua de películas de TiO ₂	83
Figura 37. Caracterización estructural de las películas de TiO ₂ sin modificar (SEM)	84
Figura 38. Composición elemental de las películas de TiO ₂ sin modificar (EDX)	85
Figura 39. Caracterización estructural de las películas de TiO ₂ modificadas con NP's Ag	86
Figura 40. Composición elemental de las películas de TiO ₂ modificadas con NP's Ag	87
Figura 41. Rayos X de muestra de TiO ₂ modificadas con NP's Ag	88
Figura 42. Fotorreactor empleado para la remoción de metano (CH ₄)	89
Figura 43. Gráfico de interacción	97

LISTA DE TABLAS

	pág
Tabla 1. Composición típica del gas natural por redes en Colombia.	40
Tabla 2. Reacciones de fotodegradación gas metano.	41
Tabla 3. Reactivos utilizados para la elaboración de la suspensión.	50
Tabla 4. Reactivos para la elaboración de la suspensión.	51
Tabla 5. Reactivos usados para la modificación de las películas de TiO ₂ /NPs Ag.	52
Tabla 6. Datos para la construcción de la curva de azul de calibración	61
Tabla 7. Dimensiones del fotorreactor.	71
Tabla 8. Porcentajes obtenidos para la degradación de películas obtenidas por los métodos spin coating y Doctor Blade.	76
Tabla 9. Porcentajes de degradación por los diferentes métodos de obtención de NP's Ag.	78
Tabla 10. Porcentajes obtenidos en la remoción de metano (CH ₄) por duplicado	92
Tabla 11. Datos diseño factorial múltiples niveles.	96

LISTA DE GRÁFICAS

	pág
Gráfico 1. Orden cero.	45
Gráfico 2. Orden uno.	45
Gráfico 3. Orden dos.	46
Gráfico 4. Curva de calibración de azul de metileno.	61
Gráfico 5. Degradación de películas obtenidas por los métodos spin coating y Doctor Blade.	77
Gráfico 6. Degradación de películas por el método de fotorreducción.	79
Gráfico 7. Degradación de películas por el método de fotorreducción- poliol.	80
Gráfico 8. Degradación de películas por el método de síntesis verde.	80
Gráfico 9. Degradación de películas por el método de síntesis verde-poliol.	81
Gráfico 10. Hermetización del reactor.	89
Gráfico 11. Estabilización de la concentración de metano (CH_4) en el fotorreactor.	90
Gráfico 12. Remoción de metano con películas de TiO_2 .	93
Gráfico 13. Remoción de metano con películas de TiO_2 modificado con macropartículas de plata.	94
Gráfico 14. Remoción de metano con películas de TiO_2 modificado con nanopartículas de plata.	95
Gráfico 15. Remoción de metano en función del tiempo orden cero.	99
Gráfico 16. Remoción de metano en función del tiempo primer orden.	99
Gráfico 17. Remoción de metano en función del tiempo segundo orden.	100

LISTA DE ECUACIONES

	pág.
Ecuación 1. Ley de Bragg.	36
Ecuación 2. Ley de Lambert-Beer.	37
Ecuación 3. Velocidad cinética.	44
Ecuación 4. Ecuación de Arrhenius, constante de velocidad.	46
Ecuación 5. Porcentaje de remoción del azul de metileno.	62
Ecuación 6. Remoción de metano.	69
Ecuación 7. Remoción de metano.	97
Ecuación 8. Velocidad de remoción de metano.	100

LISTA DE CUADROS

	pág
Cuadro 1. Velocidades de reacción	45
Cuadro 2. Reactivos destinados para el lavado de vidrios	48
Cuadro 3. Estados de activación y desactivación	66
Cuadro 4. Posición de canales de adquisición y generación de señales	69
Cuadro 5. Método	96

RESUMEN

El presente trabajo tiene como objetivo principal, evaluar la remoción foto-catalítica de metano sobre películas de TiO_2 modificadas con nanopartículas de plata bajo luz visible; se realizó la remoción del gas natural (metano) bajo luz visible y ultravioleta con el fin de evaluar la versatilidad de catalizador de TiO_2 modificado con nanopartículas de plata.

La suspensión de dióxido de titanio fue depositada por dos métodos, doctor blade y spin coating; las películas obtenidas fueron modificadas por el método de dip coating, en donde fueron empleados 4 métodos para la obtención de las nanopartículas de plata. Se realizó un seguimiento para examinar el funcionamiento de las películas modificadas; para ello se empleó azul de metileno, dando como resultado un porcentaje de remoción de azul de metileno del 75% bajo luz visible; además de ello se obtuvo un tamaño de partícula de plata por debajo de los 100 nm aproximadamente de 35 a 40 nm.

Las pruebas de remoción del gas se desarrollaron en un fotorreactor, el cual se encuentra equipado con un sensor MQ-4 conectado a un sistema de adquisición de datos (MyDaq); se cuantificó el porcentaje de remoción de metano a partir de un diseño de experimentos, obteniendo que bajo luz visible el porcentaje de remoción fue de 28.85% y bajo luz ultravioleta de 50.07%

Finalmente se obtuvo la cinética de remoción de metano evaluando diferentes órdenes de reacción en donde se encontró que la remoción sigue la tendencia de un primer orden, obteniendo una constante cinética $K = 0.00006 \text{ s}^{-1}$

Palabras clave: Remoción, metano, nanopartículas de plata, dióxido de titanio, adquisición de datos, radiación visible.

INTRODUCCIÓN

El metano cuenta con un potencial de calentamiento 21 veces mayor que el dióxido de carbono¹, por lo tanto emitir un millón de toneladas de metano a la atmosfera equivale a emitir 21 millones de toneladas de dióxido de carbono, sin embargo con un bajo porcentaje con respecto al CO₂, alarma a las autoridades Ambientales en la toma de medidas necesarias que permitan realizar un control en las emisiones de este gas, debido a que supera en daño a las emisiones causadas por el dióxido de carbono, permaneciendo en la atmósfera por aproximadamente siete a doce años².

El problema generado por el metano radica en que su presencia en la atmosfera “impide que los rayos ultravioleta provenientes del sol vuelvan al espacio, causando que los rayos entren directamente a la tierra, por lo tanto el mismo rayo solar calienta dos veces la superficie terrestre ocasionando un aumento de temperatura en la superficie terrestre”³, por consiguiente la presencia de agentes contaminantes en la capa de ozono, como el metano impiden que se desvíen los rayos ultravioleta generados por el sol (efecto invernadero). A pesar de que la combustión de metano emite CO₂ y agua, por cada molécula de CH₄ se aporta al aire una molécula de CO₂, por lo tanto es más peligroso dejar escapar CH₄ al ambiente⁴ debido a su relación con el potencial de calentamiento; en consecuencia, si no se toman las medidas necesarias, “este aumento ocasionará una ruptura de ciclos biogeoquímicos, como el ciclo del agua, debido a que los cambios de temperatura afectan la calidad y la cantidad de agua disponible”⁵ además de causar daños y alteraciones en la salud de los humanos, debido a que su presencia en la atmosfera puede ocasionar muertes por cáncer de piel motivo de la radiación ultravioleta⁶.

¹ GREEN FACTS, Potencial de calentamiento [en línea]: [Fecha de consulta: 25 de abril de 2019] Disponible en: global <https://www.greenfacts.org/es/glosario/pqrs/potencial-calentamiento-global.htm>

² AMHASEFER, Los efectos del metano en la atmósfera COLOMBIA sitio web] [Fecha de consulta: 25 de abril de 2019] Disponible en: <https://www.amhasefer.com/pvrgJpjV/>

³ EFECTO INVERNADERO Y CAPA DE OZONO [Anónimo] [sitio web]: [Fecha de consulta: 19 de abril de 2019] Disponible en: <https://www.areaciencias.com/TUTORIALES/LA%20CAPA%20DE%20OZONO%20Y%20EL%20EFECTO%20INVERNADERO.htm>

⁴ JULIARENA, Gases de efecto invernadero. ¿Por qué estudiar el metano? [en línea] 2013, (Abril) : [Fecha de consulta: 26 de abril de 2019] Disponible en: <https://www.unicen.edu.ar/content/gases-de-efecto-invernadero-%C2%BFpor-qu%C3%A9-estudiar-el-metano>

⁵ AGUA, El cambio climático y su impacto en el ciclo del agua [en línea] 2013, (Abril) : [Fecha de consulta: 26 de abril de 2019] Disponible en: <https://www.iagua.es/2006/10/el-cambio-climtico-y-su-impacto-en-el>

⁶ BIOLOGÍA. Efecto invernadero, [sitio web] : [Fecha de consulta: 19 de abril de 2019] Disponible en: <http://www.principia-malaga.com/p/images/pdf/invernadero.pdf>

Las emisiones de metano han aumentado aproximadamente 25 teragramos (unidad de masa igual a un billón de gramos) por año desde el 2006⁷; no obstante en el año 2017 el metano atmosférico alcanzó una cifra de 1859 partes por mil millones⁸, teniendo que “la temperatura media mundial ha aumentado en 1,1 °C desde la era preindustrial y en 0,2 °C con respecto al período 2011-2015”⁹, este aumento producto de las emisiones de gases de efecto invernadero; sin embargo el metano contribuye con el 13% del calentamiento global¹⁰ y debido a su alto potencial de calentamiento es indispensable buscar soluciones a estos problemas, por lo tanto se evaluará la viabilidad de remover metano a partir de un agente oxidante (películas de dióxido de titanio modificadas con nanopartículas de plata) por medio de oxidación avanzada.

⁷ UNFCCC. La NASA confirma que el pico en las emisiones de metano está relacionado con el petróleo y el gas. Artículo [sitio web] 23 enero, 2018][Consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: <https://unfccc.int/es/news/la-nasa-confirma-que-el-pico-en-las-emisiones-de-metano-esta-relacionado-con-el-petroleo-y-el-gas>

⁸ ORGANIZACIÓN METEOROLÓGICA MUNDIAL. Los niveles de gases de efecto invernadero en la atmósfera alcanzan un nuevo récord.[sitio web][Consulta:12 febrero 2020] Disponible en: <https://public.wmo.int/es/media/comunicados-de-prensa/los-niveles-de-gases-de-efecto-invernadero-en-la-atm%C3%B3sfera-alcanzan-un>

⁹ ORGANIZACIÓN METEOROLÓGICA MUNDIAL. El clima mundial: entre 2015 y 2019 se ha acelerado el cambio climático. [sitio web][Consulta:12 febrero 2020] Disponible en: <https://public.wmo.int/es/media/comunicados-de-prensa/el-clima-mundial-entre-2015-y-2019-se-ha-acelerado-el-cambio-clim%C3%A1tico>

¹⁰ INSTITUTO SINDICAL DE TRABAJO, AMBIENTE Y SALUD. Gases causantes del efecto invernadero. [sitio web][Consulta:12 febrero 2020] Disponible en: <https://istas.net/istas/guias-interactivas/cambio-climatico-y-sus-efectos/cambio-climatico/clima-y-sistema-0>

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar la remoción foto-catalítica de metano (CH_4) sobre películas de dióxido de titanio modificadas con nanopartículas de plata bajo luz visible.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Sintetizar películas de dióxido de titanio modificadas con nanopartículas de plata por el método de Spin Coating y Dip Coating.
- Determinar las variables influyentes en el proceso de remoción de metano (CH_4) mediante un desarrollo experimental.
- Determinar la cinética de reacción para la remoción de metano (CH_4).

1. MARCO TEÓRICO

1.1 PROCESOS AVANZADOS DE OXIDACIÓN

Por sus siglas (PAOs) procesos de oxidación avanzada, son procesos fisicoquímicos que implican cambios en la estructura química de los contaminantes^{11,12}; estos procesos implican la formación de radicales ($^{\circ}\text{OH}$) los cuales son generados por medios fotoquímicos produciendo alta efectividad en la oxidación de la materia orgánica; los radicales hidroxilo poseen un potencial de oxidación ($E= 2.8 \text{ V}$) el cual es mucho mayor que otros oxidantes tradicionales como el ozono que cuenta con un potencial de oxidación de 2.07 V , el peróxido de hidrógeno 1.78 V , dióxido de cloro 1.57 V y cloro 1.36 V ¹³.

Los procesos involucrados poseen mayor factibilidad termodinámica y una velocidad de oxidación alta por la participación de radicales, principalmente el radical hidroxilo, ($^{\circ}\text{OH}$)¹⁴ el cual cuenta con las propiedades para atacar a todos los compuestos orgánicos y reaccionar $10^6 - 10^{12}$ veces más rápido que oxidantes alternativos como el O_3 ; sin embargo para un proceso eficiente los PAOs deben generar altas concentraciones de radicales hidroxilo en estado estacionario¹⁵.

Los radicales ($^{\circ}\text{OH}$) reaccionan con moléculas de oxígeno formando un peroxiradical, iniciando una serie de reacciones de degradación oxidativa la cual en algunos casos puede conducir a la completa mineralización¹⁶, es decir, a la completa transformación de la materia orgánica en CO_2 , agua e iones inorgánicos.

¹¹ DOMÈNECH, Xavier, et al. Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes. Colección documentos. 2004. p. 3. [en línea] : [Fecha de consulta: 31 de julio de 2019] Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/237764122_Procesos_avanzados_de_oxidacion_para_la_eliminacion_de_contaminantes/

¹² POVEDA VARGAS. Evaluación del ciclo de vida de las películas de la mezcla TiO_2/CuO para la inactivación fotocatalítica de la *E.coli* en presencia de luz visible. [en línea] : Trabajo de grado para optar como Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América 2018. [Consultado 17 Agosto de 2019]. p. 21-31. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6962/1/6122922-2018-2-IQ.pdf>

¹³ VANÝSEK, Petr. Electrochemical Series. . [en línea] : [Fecha de consulta: 31 de julio de 2019] Disponible en: <http://folk.ntnu.no/andersty/2.%20Klasse/KJ1042%20Termodynamikk%20med%20lab/Lab/Oppgave%205%20-%20Standard%20reduksjonspotensial/Rapportfiler/E0.pdf>

¹⁴ DOMÈNECH, Xavier, et al. Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes, Op. cit p. 5

¹⁵ Ibid., p. 5.

¹⁶ CADAVID MEJÍA, John Jairo Aplicación de los procesos avanzados de oxidación como alternativa de tratamiento de plaguicidas obsoletos: caso Paraquat. Trabajo de grado presentado como requisito para optar el título de Maestría en Ingeniería Sanitaria y Ambiental. Santiago de Cali. Universidad del Valle. Facultad de Ingenierías. 2011. 15 p.

Asimismo, los radicales hidroxilos pueden atacar compuestos aromáticos en 16 posiciones ocupadas por un halógeno mediante un mecanismo de deshalogenación aromática¹⁷.

Las características más importantes de los PAO's se pueden resumir en^{18,19}: capacidad de generar cambios en la estructura química de los compuestos orgánicos²⁰, proceso no selectivo por parte del radical hidroxilo, debido a que se aumenta la oxidación de subproductos potencialmente tóxicos procedente de los compuestos originales que por otros métodos no se podrían destruir si no después de un proceso prolongado²¹, no cambian la fase del elemento o sustancia, sino que lo transforman químicamente²², desmineralización completa de la sustancia²³, no se forman productos de reacción, o si se forman, lo hacen en baja concentración²⁴, ideales para disminuir la concentración de compuestos formados por pre-tratamientos alternativos²⁵, en la mayoría de los casos consumen menos energía que otros procesos²⁶.

1.1.1 Fotocatálisis heterogénea. En el año 1967 los japoneses, Akira Fujishira y Kenchi Honda, descubrieron las propiedades fotocatalíticas del dióxido de titanio, provocando el interés en la última década en la aplicación del desarrollo de nuevas tecnologías para la degradación de compuestos contaminantes presentes en aguas y en el aire²⁷.

La fotocatalisis heterogénea es un proceso avanzado de oxidación (PAO); es una reacción fotoquímica que convierte la energía solar o lumínica en energía química

¹⁷ SAFARZADEH-AMIRI, et al. Ferrioxalate-mediated solar degradation of organic contaminants in water. Revista Solar Energy 1996. Volumen 56, p. 439-443. ISSN 0038-092X. [en línea]: [Fecha de consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: [https://doi.org/10.1016/0038-092X\(96\)00002-3](https://doi.org/10.1016/0038-092X(96)00002-3).

¹⁸ CADAVID MEJÍA, John Jairo Aplicación de los procesos avanzados de oxidación como alternativa de tratamiento de plaguicidas obsoletos: caso Paraquat. Op. cit p. 15

¹⁹ PIRAZAN MESA, Evaluación de la actividad fotocatalítica del TiO₂ sensibilizado a luz visible, en la disminución de la concentración de metano (Gas Natural). Trabajo de grado para optar como Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América 2015. [Consultado 17 mayo de 2019]. 18 p.

²⁰ Ibid., p. 18.

²¹ CADAVID MEJÍA, John Jairo Aplicación de los procesos avanzados de oxidación como alternativa de tratamiento de plaguicidas obsoletos: caso Paraquat. Op. cit p. 15

²² PIRAZAN MESA, Evaluación de la actividad fotocatalítica del TiO₂ sensibilizado a luz visible, en la disminución de la concentración de metano (Gas Natural). Op. cit p. 18

²³ Ibid., p. 18.

²⁴ Ibid., p. 18.

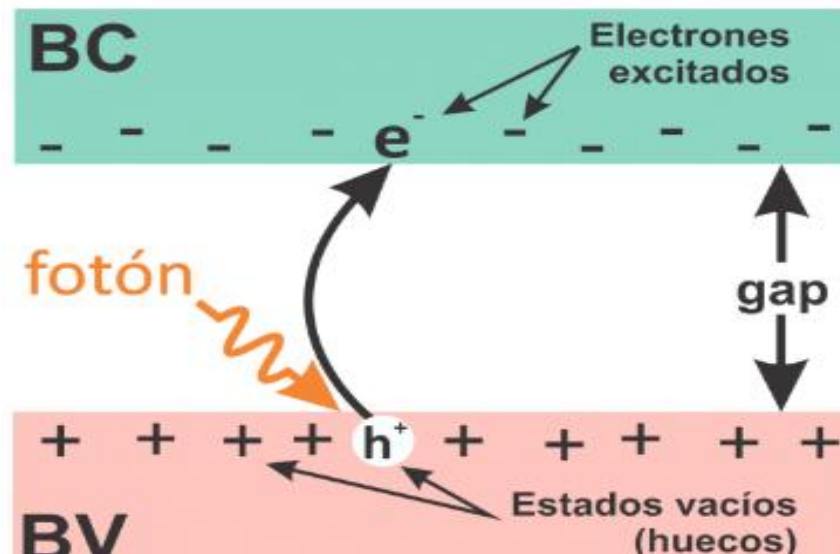
²⁵ Ibid., p. 18.

²⁶ Ibid., p. 18.

²⁷ SIÑERIZ MARTÍNEZ. Aplicaciones arquitectónicas de los nanomateriales en base de titanio envolventes fotocatalíticas. p. 9 [en línea] : [Fecha de consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: <https://aula3tfg.files.wordpress.com/2016/02/sic3b1eriz-martc3adnez-marc3ada-tfg.pdf>

con una determinada longitud de onda; según la IUPAC se define como “reacción catalítica la cual involucra la absorción de luz por parte de un catalizador o sustrato”²⁸ el principio de la fotocatalisis heterogénea se basa en la excitación de un semiconductor dada por radiación UV o luz visible²⁹. Esta se genera a partir de la iluminación de un fotón de un semiconductor, que debe tener una energía con un valor igual o superior a banda prohibida; en donde la banda prohibida es la mínima energía que necesita un electrón para pasar de la banda de valencia (BV) a la banda de conducción (BC); teniendo que esta diferencia de energía se denomina BAND GAP³⁰ como se observa en la figura 1.

Figura 1. Diagrama de bandas de energía de un semiconductor.



Fuente: RAMOS SERRANO, et al. Fotónica del silicio. [en línea]. En gob.mx: Revista avance y perspectiva volumen 4, número 3 [Fecha de consultada: 10 de agosto 2019] disponible en: <https://uao.libguides.com/c.php?g=529806&p=4412778>

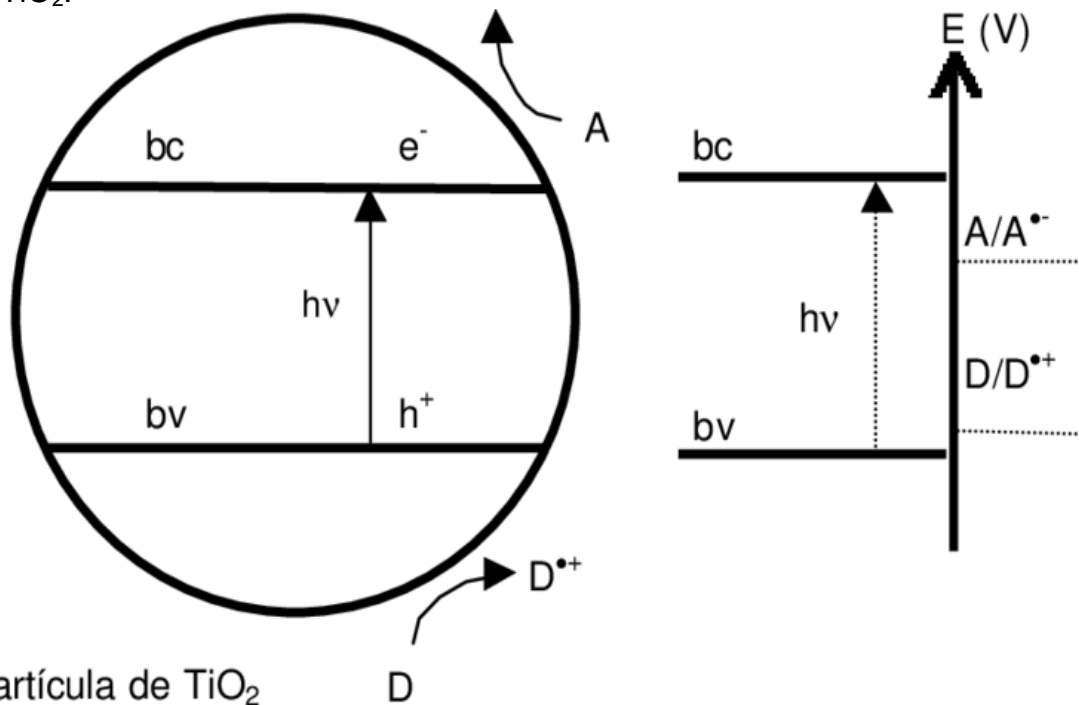
²⁸ALAMA MARTÍNEZ. Instituto Tecnológico de Toluca. Degradación azul de metileno y 4-clorofenol por fotocatalisis con luz ultravioleta, utilizando TiO₂ como catalizador. Metepec, Estado de México. Septiembre.2010. Pg. 9.

²⁹ LLANES, Carolay Yaneth Guarín y BENAVIDES, Adriana Consuelo Mera. Fotocatalisis heterogénea con TiO₂ para el tratamiento de desechos líquidos con presencia del indicador verde de bromocresol. En: REVISTA INGENIERÍAS UNIVERSIDAD DE MEDELLÍN. 2011.vol. 10, no. 19, p. 80-87

³⁰HERRAMANN, J.M. Destrucción de contaminantes orgánicos por fotocatalisis heterogénea. UnisersitéCALude Bernard Lyon. p 156-157.

El fenómeno implica la formación de dos portadores de carga: electrones en la banda de conducción, y un electrón vacío positivo en la banda de valencia conocido como “hueco”³¹ como puede observarse en la figura 2. Los electrones que están en estado excitado dentro de la banda de conducción o en los huecos dentro de la banda de valencia pueden aceptar o donar electrones, en donde por cada movimiento de electrones se crea un hueco en la banda de valencia³², estos pueden conjuntarse y disipar la energía obtenida en forma de calor.³³

Figura 2. Esquema del proceso fotocatalítico sobre una partícula semiconductor de TiO_2 .



Fuente: LITTER, et al. xi-024-tratamiento de residuos nucleares líquidos por fotocatalisis heterogénea. En ResearchGate; [en línea] disponible en: https://www.researchgate.net/figure/Diagrama-simplificado-de-los-procesos-que-ocurren-en-la-fotocatalisis-heterogenea_fig1_228366245

Estos pares electrón-hueco, permiten la generación de radicales hidroxilos por medio de las reacciones de oxido-reducción que suceden en la superficie de un

³¹ LUCÍA ESPINOSA. Materiales fotocatalíticos y sus aplicaciones en construcción. Escuela Politécnica Superior de Barcelona de la UPC. España. Febrero.2016. Pg. 29.

³² LASA Hugo, SERRANO Benito, SALAICES Miguel. Photocatalytic reaction Engineering. United States. 2005. p 1-2.

³³ La Teoría de Bandas [Anónimo] [en línea] : [Fecha de consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: https://rodas5.us.es/file/dc3b91ee-0f7c-2f88-41765d95b43de30f/1/tema9_word_SCORM.zip/page_23.htm

fotocatalizador³⁴ semiconductor. Gracias a los radicales hidroxilos, generados es que se rompen los enlaces moleculares de las sustancias a tratar, para transformarlas en especies menos complejas, reduciendo su grado de contaminación o peligrosidad³⁵

1.1.2 Dióxido de titanio (TiO₂). En los últimos tiempos se ha incrementado su uso en procesos fotocatalíticos, como un método eficaz para eliminar componentes tóxicos presentes en efluentes líquidos y gaseosos, producto de las actividades industriales, hospitalarias y domésticas, entre otras³⁶. El proceso fotocatalítico permite la mineralización completa de los contaminantes orgánicos hasta convertirlos en productos inocuos benignos para el medio ambiente. En Las reacciones de óxido reducción que permiten degradar los contaminantes orgánicos se realizan en la región interfacial, entre el sólido excitado y el seno de la solución sin alteración alguna del fotocatalizador, por lo que se considera que la reacción es heterogénea^{37,38}.

El dióxido de titanio está presente en la naturaleza en varias formas: rutilo (tetragonal), anatasa (octahédrico) y brookita (ortorrómbico)³⁹. Su coloración blanca le otorga la posibilidad de ser utilizado en la industria como pigmento. De las tres fases cristalinas del dióxido de titanio⁴⁰, sólo las dos primeras han encontrado aplicaciones en diversos campos y son producidas a escala comercial⁴¹.

³⁴ HERRMANN, Jean-Marie. Heterogeneous photocatalysis: state of the art and present applications. En: Topics in Catalysis. Mayo. 2005. p. 49-65.

³⁵ ROSALES GARCÍA, José Alain. Materiales Para Fotocatálisis Y Electro fotocatalisis. Universidad Veracruzana, Región Coatzacoalcos-Minatitlán.: 2010. p. 3

³⁶ CARVAJAL MUNOZ, Juan Sebastián. Fotocatálisis heterogénea para el abatimiento de tensoactivos aniónicos en aguas residuales. Revista. P+L [online]. 2011, vol.6, n.2 [en línea]: [Fecha de consulta: 31 de julio de 2019] Disponible en: <http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1909-04552011000200009&lng=en&nrm=iso>. ISSN 1909-0455.

³⁷ LINSEBIGLER, A, Photocatalysis on TiO₂ surfaces: principles, mechanisms, and selected results, En: Chem. (1995).

³⁸ BOHÓRQUEZ BONILLA. Determinación del ciclo de vida de las películas de tio₂/CuO/Ag y su efecto antimicrobiano sobre e.coli en luz visible. Anteproyecto de grado Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América. 2018. p. 11-12.

³⁹ El Dióxido de Titanio ataca nuestro ADN todos los días y nadie hace nada al respecto [Anónimo] fotocatalíticas [en línea] : [Fecha de consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: <https://detenganlavacuna.wordpress.com/2011/01/23/tio2/>

⁴⁰ Ibid., p.

⁴¹ Ibid., p.

El rutilo es la fase más estable termodinámicamente.⁴² Sin embargo, su lenta cinética de transformación de la anatasa y brookita a rutilo permite encontrarlos en abundancia en materiales naturales de dichas fases.⁴³ La transformación a rutilo puede inducirse por calentamiento, siendo la temperatura de conversión variable en función de las condiciones de fabricación de cada uno de los materiales⁴⁴.

La estructura del TiO_2 consiste en la coordinación octaédrica del Ti el cual se encuentra rodeado de seis átomos de O^{2-} , éstos a su vez se encuentran unidos a tres átomos de titanio con una configuración trigonal⁴⁵, según las uniones formadas entre los octaedros unitarios, surgen las tres modificaciones cristalinas.⁴⁶ De este modo, la anatasa y el rutilo cristalizan en el sistema tetragonal mientras que la brookita lo hace en el rómbico⁴⁷.

Para un aprovechamiento adecuado del TiO_2 en los tratamientos fotocatalíticos es necesario desplazar su absorción de radiación UV hacia la región del espectro visible,⁴⁸ esto debido a su amplio rango de aplicabilidad en las necesidades humanas, por tanto nace la necesidad de modificar este material debido a que para la ocurrencia de la reacción es necesario suministrar una energía mayor a la del GAP de este, por ende la incorporación de nuevas especies a la composición del catalizador⁴⁹ disminuirían la energía del GAP favoreciendo la ocurrencia de la reacción. Generalmente la fase anatasa es la forma de TiO_2 presente en las películas de dióxido de titanio, debido a que estas se forman a partir de temperaturas mayores a $450\text{ }^\circ\text{C}$ ⁵⁰, la cual cristaliza en el sistema tetragonal, clase ditetragonal dipiramidal (figura 3).

⁴² SIÑERIZ MARTÍNEZ. Aplicaciones arquitectónicas de los nanomateriales en base de titanio envolventes fotocatalíticas. Op. cit p. 15

⁴³ Ibid., p. 15-16.

⁴⁴ Ibid., p. 11.

⁴⁵ Ibid., p. 11.

⁴⁶ Ibid., p. 11.

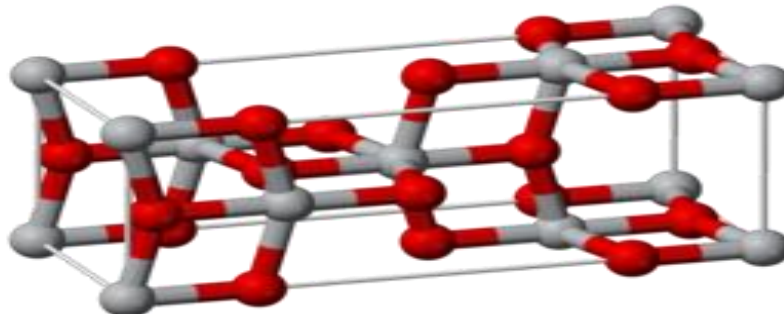
⁴⁷ Ibid., p. 11.

⁴⁸ BOHÓRQUEZ BONILLA Determinación del ciclo de vida de las películas de $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ y su efecto antimicrobiano sobre e.coli en luz visible. Anteproyecto de grado Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América. 2018. Op. cit p. 11-12.

⁴⁹ SIÑERIZ MARTÍNEZ. Aplicaciones arquitectónicas de los nanomateriales en base de titanio envolventes fotocatalíticas. Op. cit p. 15

⁵⁰ VARGAS URBANO. Et al. Nanopartículas de TiO_2 , fase anatasa, sintetizadas por métodos químicos. Ingeniería y Desarrollo [en línea] 2011, 29 (Julio-Diciembre) : [Fecha de consulta: 10 de agosto de 2019] Disponible en:<<http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=85220757005>> ISSN 0122-3461. p. 4.

Figura 3. Anatasa estructura cristalina.



Fuente: Global Anatase Titanium Dioxide Market Insights Report 2019 -2025 [en línea] : Huntsman Corporation, Chemours, Cristal, Kronos, Tronox, ISK, Lomon. [Consultado: 10 de agosto de 2019] disponible en: <https://ottheedge.com/global-anatase-titanium-dioxide-market-insights-report-2019-2025-huntsman-corporation-chemours-cristal-kronos-tronox-isk-lomon/>

1.1.3 Dióxido de titanio modificado con nanopartículas de plata. El dióxido de titanio (TiO_2) se ha estudiado ampliamente como un catalizador de fotodegradación eficaz. Sin embargo, el TiO_2 es inactivo en luz visible debido a su espacio de banda ancha (3,2 eV o $\lambda_{\text{max}} \sim 380 \text{ nm}$)^{51,52}. Esto limita el uso de TiO_2 como catalizador solar activado, debido a que la mayoría de la luz solar se compone de luz visible y la radiación infrarroja. Solamente, alrededor del 5% de la luz solar es UV⁵³.

Varios métodos han sido utilizados para mejorar su absorción de luz visible.⁵⁴ Estas técnicas incluyen la modificación de la superficie a través de materiales orgánicos, sensibilizantes o semiconductores⁵⁵, el TiO_2 modificado con nanopartículas de plata metálica tiene mayor absorción en la región visible (alrededor de 400 nm) evidenciando una mejora de forma significativa en la fotocatalisis con la radiación solar⁵⁶.

⁵¹ CANDAL, Roberto J, Bilmes Sara A. y Blesa Miguel A. Semiconductores con actividad fotocatalítica. Capítulo 4.

⁵² BOHÓRQUEZ BONILLA. Determinación del ciclo de vida de las películas de $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ y su efecto antimicrobiano sobre E.coli en luz visible. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América. 2018.

⁵³ LEGUIZAMÓN et al. Fotosensibilización de TiO_2 con un colorante comercial para fotodegradación de contaminantes orgánicos en agua. [en línea] : [Fecha de consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: <http://www.scielo.org.co/pdf/rudca/v13n2/v13n2a21.pdf>

⁵⁴ SEERY MK, George R, Floris P, Pillai SC. Silver doped titanium dioxide nanomaterials for enhanced visible light photocatalysis. J PhotochemPhotobiol A. 2007

⁵⁵ CHATTERJEE D, Dasgupta S. Visible light induced photocatalytic degradation of organic pollutants. J PhotochemPhotobiol C.2005

⁵⁶ BOHÓRQUEZ BONILLA. Determinación del ciclo de vida de las películas de $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ y su efecto antimicrobiano sobre E.coli en luz visible. Op. cit p. 22.

La presencia de nanopartículas de plata produce un aumento en la actividad Fotocatalítica, debido a que ellas actúan como trampas de electrones, las cuales los atrapan produciendo pares de electrones después de la absorción de los fotones liberando los huecos para participar en las reacciones de degradación⁵⁷, además la presencia de nanopartículas es la responsable de mejorar el campo eléctrico, lo cual facilita la producción y separación de los pares electrón hueco⁵⁸.

Estas nanopartículas de plata reaccionan con los huecos generados para degradar las especies orgánicas. El TiO₂ dopado con nanopartículas de plata forma un núcleo / corteza con plata (Ag/TiO₂). Esta morfología permite una mayor estabilidad de las nanopartículas de plata^{59,60}.

Por lo tanto, la implementación de nanopartículas de plata es una opción acertada en cuanto al desarrollo de nuevos materiales los cuales permiten múltiples aplicaciones.

1.2 TÉCNICAS DE DEPOSICIÓN

En los últimos años se han venido desarrollando e implementando nuevas tecnologías que permitan la síntesis de películas, ya que su aplicación es bastante amplia desde recubrimientos ópticos hasta celdas solares⁶¹; para el desarrollo de este proyecto se tendrán en cuenta tres técnicas de deposición; Técnica de deposición método Spin Coating, Doctor Blade y Técnica de deposición método Dip Coating.

1.2.1 Técnica de deposición método Spin Coating. Es una técnica utilizada, que tiene como fin la aplicación de recubrimientos de capa delgada⁶². En este proceso se coloca una pequeña cantidad de suspensión en el centro del vidrio y posteriormente se somete a altas revoluciones las cuales logran que la

⁵⁷ STATHATOS E, Petrova T, Lianos P. Study of the Efficiency of Visible-Light Photocatalytic Degradation of Basic Blue Adsorbed on Pure and Doped Mesoporous Titania Films. Langmuir. 2001.

⁵⁸ Ibid., p. 1.

⁵⁹ STATHATOS E, Petrova T, Lianos P. Study of the Efficiency of Visible-Light Photocatalytic Degradation of Basic Blue Adsorbed on Pure and Doped Mesoporous Titania Films. Langmuir. 2001.

⁶⁰ BOHÓRQUEZ BONILLA, Emily Dayana. Determinación del ciclo de vida de las películas de tío₂/cuo/ag y su efecto antimicrobiano sobre e.coli en luz visible.. Op. cit p. 12.

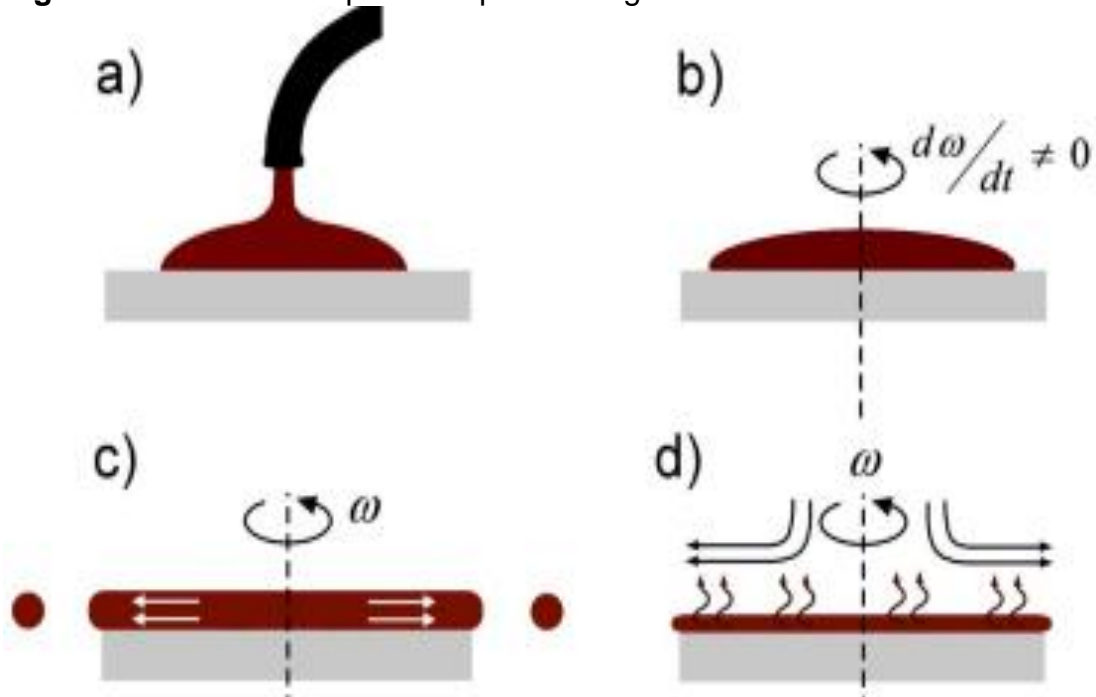
⁶¹ Técnicas de depósito y caracterización de películas delgadas [anónimo] [en línea] [Fecha de consulta: 13 de agosto de 2019] p. 1. Disponible en: <http://www.tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/21199/Capitulo2.pdf>

⁶² Ibid., p. 15-16.

aceleración centrípeta induzca a que la suspensión se distribuya por toda la superficie llegando hasta los bordes del vidrio^{63,64}.

Para ello es indispensable el uso de un sustrato completamente limpio en el cual la suspensión se pueda adherir completamente; como se muestra en la figura 4, la velocidad a la que se deposita la suspensión es indispensable para la deposición.

Figura 4. Diferentes etapas del Spin Coating.



Fuente: HERNANDEZ, Christian. Evaluación de distintas técnicas de deposición de recubrimientos sol-gel en aleaciones de aluminio. Universidad Nacional Autónoma de México 2014. p 20.

*a) Depositado de Sol Gel. b) Aceleración de la placa. c) Sol Gel esparciéndose. d) Evaporación de solventes del Sol Gel.

1.2.2 Técnica de deposición método dip coating. El Dip-Coating es un método que permite la formación de películas delgadas para diferentes espesores sobre un sustrato⁶⁵. El método consiste en la inmersión de un sustrato en una solución

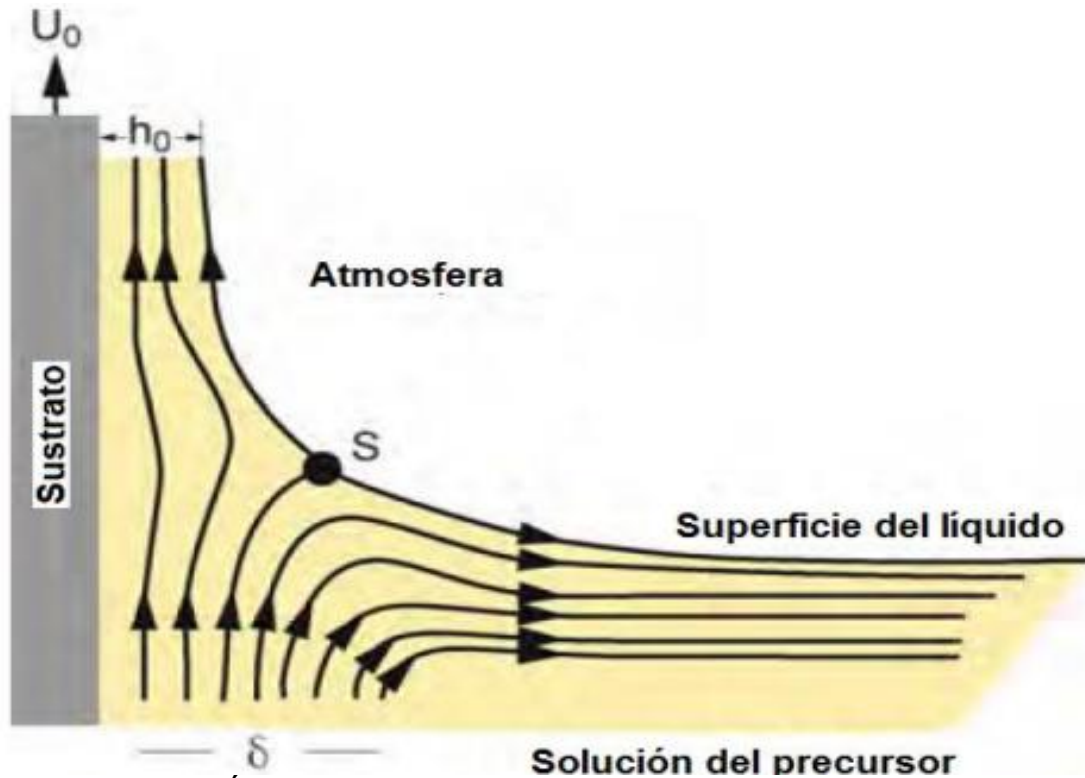
⁶³ HERNANDEZ, Christian. Evaluación de distintas técnicas de deposición de recubrimientos sol-gel en aleaciones de aluminio. Universidad Nacional Autónoma de México 2014. p 20.

⁶⁴ BOHÓRQUEZ BONILLA, Emily Dayana.. Determinación del ciclo de vida de las películas de $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ y su efecto antimicrobiano sobre E.coli en luz visible. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América. 2018.

⁶⁵ LEAL, David et al . Diseño y construcción de un sistema automatizado para la elaboración de películas delgadas, por el método de inmersión. Rev. Fac. Ing. UCV, Caracas , v. 26, n. 1, p. 143-148, marzo 2011 . Disponible en

de interés durante un corto periodo de tiempo, de tal modo se asegure que el sustrato quede totalmente impregnado de la solución de interés. Después de que el solvente se haya evaporado, queda una película uniforme depositada sobre la superficie del sustrato⁶⁶.

Figura 5. Detalle de los patrones de flujo (líneas de corriente) Durante el proceso de recubrimiento por inmersión.



Fuente: GUILLÉN BACA, "Construcción de un equipo Dip Coating, deposición y caracterización de películas de SnO₂ por la técnica de recubrimiento por inmersión. Tesis para optar el título de Licenciada en Física, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa (2018).

* U_0 es la velocidad de extracción, S es el punto de estancamiento, δ la capa límite y h_0 es el espesor de la película de fluido arrastrado sobre el sustrato.

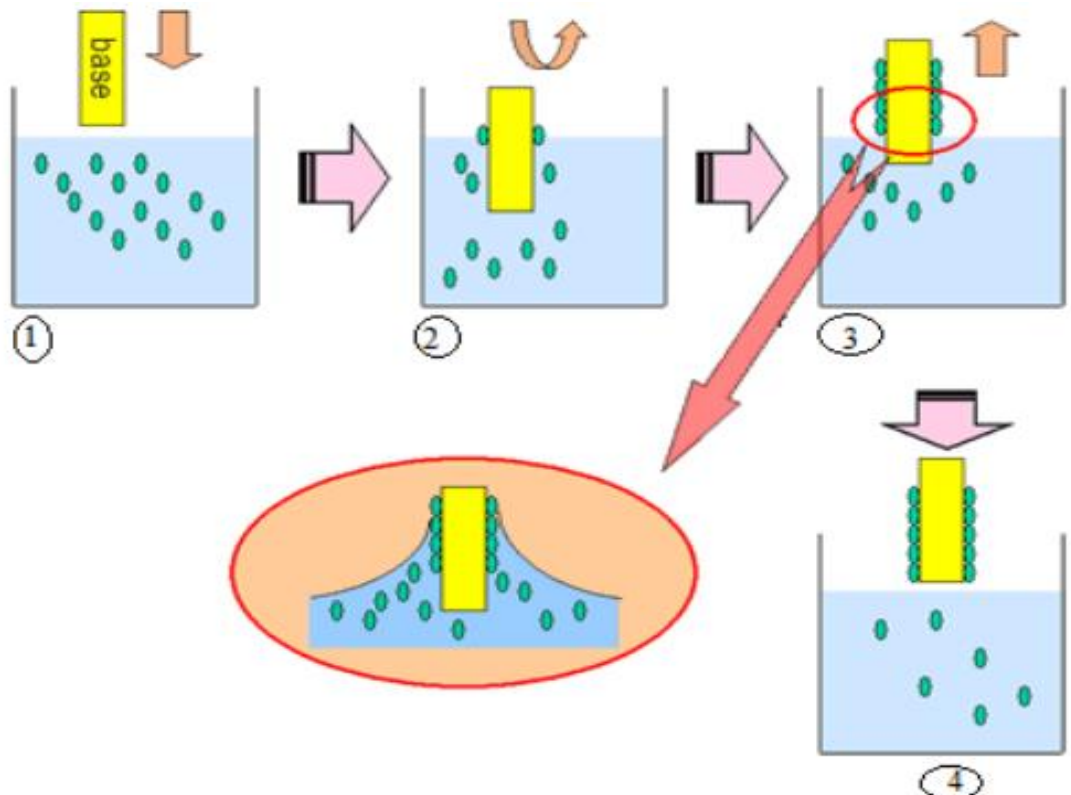
Como se observa en la figura 5, "el sustrato móvil penetra la solución y se extrae a una velocidad constante (U), ocasionando un arrastre de líquido en la capa límite del sustrato hasta alcanzar la región de deposición, en la cual la capa límite se

http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-40652011000100014&lng=es&nrm=iso. accedido en 29 abr. 2019.

⁶⁶ Ibid., p. 143-148.

divide en dos; capa interna y capa externa; la primera se dirige hacia arriba con el substrato, mientras que la segunda regresa a la solución”⁶⁷.

Figura 6. Proceso de inmersión y extracción de la Película (E-Flex, 2016).



Fuente: GUILLÉN BACA, “Construcción de un equipo Dip Coating, deposición y caracterización de películas de SnO_2 por la técnica de recubrimiento por inmersión. Tesis para optar el título de Licenciada en Física, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa (2018). p. 12.

*1) Sumergir la base en la solución 2) Hundir la base perpendicular a la solución y esperar a que la superficie de la solución para mantener la calma 3) Jalar hacia arriba de la base a la velocidad Ciertos perpendicular a la superficie de la solución. Las partículas objetivo se alinean con regularidad para la fluxión de fuerza capilar y la evaporación 4) El espesor puede ser controlado por la velocidad de paso 3 o la concentración de la solución

Este proceso se divide en varias etapas: inmersión, comienzo del proceso, deposición, drenaje (o escurrimiento) y evaporación⁶⁸. Llevar a cabo este proceso

⁶⁷ GUILLÉN BACA, “Construcción de un equipo Dip Coating, deposición y caracterización de películas de SnO_2 por la técnica de recubrimiento por inmersión. Tesis para optar el título de Licenciada en Física, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa (2018). Op. cit p. 12-13.

⁶⁸Ibid., p. 11-13.

resulta importante porque ayuda a la comprensión de la deposición de la película, su uniformidad y finalmente el grosor de la misma. Desde el punto de vista hidrodinámico, este es un problema de una superficie libre, en el cual la evaporación juega un papel fundamental⁶⁹.

Como se muestra en la figura 6, la velocidad a la que se retira la película juega un papel importante además del tiempo en el que se encuentra sumergida, ya que, a partir de estas dos variables, se determina la cantidad de partículas adheridas a la película. Para llevar a cabo este proceso se deben tener en cuenta los siguientes factores debido a que estos contribuyen al estado final del baño de la película delgada⁷⁰: Tiempo de inmersión, velocidad de retiro, número de ciclos de inmersión, composición de la solución, concentración y temperatura y número de soluciones en cada secuencia de inmersión.

1.2.3 Técnica de deposición Doctor Blade. Este proceso es llevado a cabo de manera manual, debido a que consiste en depositar la suspensión de manera uniforme por medio de un aplicador cilíndrico (agitador de vidrio), el cual permite libertad en el grosor de la capa aplicada, ya que este dependerá de la persona la cual este empleando el método.

1.3 CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES FOTOCATALÍTICOS

A partir de estos análisis, es posible comprender y controlar la síntesis de los materiales, ya que este proceso nos da una imagen clara del material sintetizado a una escala manométrica si así se desea, a partir de estos análisis es posible conocer y entender el objetivo de los materiales, encontrando nuevas aplicaciones para su posterior uso⁷¹; obteniendo información de parámetros como: estructura, topología, morfología, composición tamaño de poro, tamaño de partícula entre otras⁷².

Por lo tanto para su análisis es necesario emplear diferentes técnicas, para ello se encuentra una gran variedad de técnicas instrumentales diferentes tales como: “Espectroscopia de absorción de luz Ultravioleta-Visible (UV-Vis), Microscopía de

⁶⁹ LEAL, David et al. Diseño y construcción de un sistema automatizado para la elaboración de películas delgadas, por el método de inmersión. Op. cit p. 143-149.

⁷⁰ Ibid., p. 12-15.

⁷¹ SÁNCHEZ MORENO, Nanopartículas de plata: preparación, caracterización y propiedades con aplicación en inocuidad de los alimentos. Trabajo de fin de máster, para optar a Máster universitario en ciencia y tecnología química, Universidad Nacional de educación a distancia (2017). p. 32-39. Disponible en : http://e-spacio.uned.es/fez/eserv/bibliuned:master-Ciencias-CyTQ-Msanchez/Sanchez_Moreno_Minerva_TFM.pdf

⁷² Ibid., p. 32.

fuerza atómica (AFM), Microscopía electrónica de transmisión y de barrido (TEM, SEM), Difusión de luz dinámica (DLS), Espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS), Difracción de rayos X (XRD), Resonancia magnética nuclear (RMN), espectroscopía de emisión atómica con fuente de plasma de acoplamiento inductivo (ICP), Espectroscopia de infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR), y espectroscopía de absorción atómica; sin embargo en este proyecto ahondaremos en dos técnicas en especial⁷³; Microscopía electrónica de barrido (SEM) y Difracción de rayos X (DRX); debido a que estas dos técnicas nos proporcionan una imagen ampliada del material, además de su composición y tamaño de partícula.

1.3.1 Caracterización Morfológica (SEM). El microscopio electrónico de barrido imagen 7 (SEM, de sus siglas en inglés, scanning electron microscopy,) es una técnica de análisis superficial, la cual radica en enfocar sobre una muestra (película de TiO₂ modificada con nanopartículas de plata) un fino haz de electrones, el cual es producido por una fuente: cañón termoiónico (filamento de tungsteno o de hexaboruro de lantano) o un cañón de emisión de campo FEG⁷⁴ con intervalos de energías de excitación acelerado de 0.1kV a 30kV^{75,76}, el cual suministra información composicional, topográfica y morfológica de las muestras proporcionando imágenes de alta resolución (de hasta 3 nm)^{77,78}.

El microscopio presente en la figura 7 permite contemplar la forma, rugosidad, tamaño y cristalinidad, de la muestra, operando con los principios básicos de un microscopio óptico, sin embargo para el microscopio electrónico es necesario hacer uso de un haz de electrones en lugar del haz de luz visible, debido a que éstos cuentan con un λ menor, permitiendo obtener resoluciones mucho mayores que un microscopio óptico⁷⁹.

Como lo muestra la figura 7, para su funcionamiento es necesario suministrar al cañón un potencial eléctrico que sea capaz de acelerar el haz de electrones hacia una columna, una vez esto se cumpla el haz es focalizado por medio de lentes electromagnéticas sobre la muestra teniendo que toda la trayectoria de los

⁷³ Ibid., p. 32

⁷⁴ UNIVERSIDAD DE LOS ANDES; Microscopía de Barrido de Electrones (MEB); Técnica MEB; [Sitio web];[en línea] : [Fecha de consulta: 28 de abril de 2019] Disponible en:<https://investigaciones.uniandes.edu.co/microscopio-electronico-de-barrido-meb/>

⁷⁵ SÁNCHEZ MORENO. Op. cit p. 36.

⁷⁶ Ibid., p. 36.

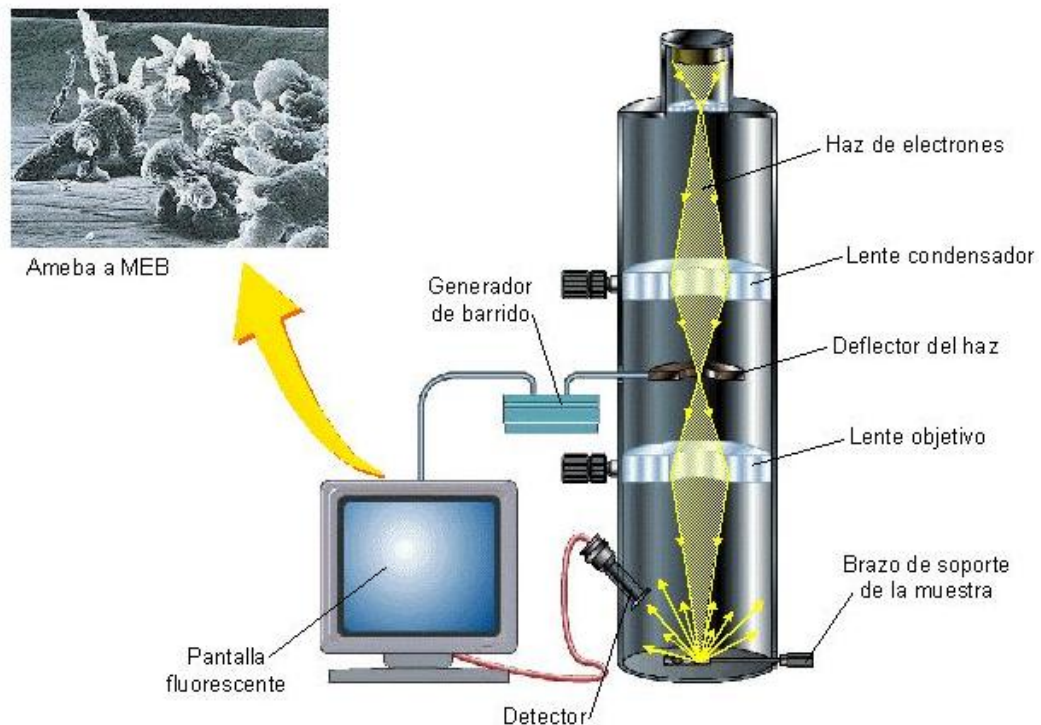
⁷⁷ UNIVERSIDAD DE LOS ANDES. Op. cit p. 1.

⁷⁸ SÁNCHEZ MORENO. Op. cit p. 32-39.

⁷⁹ Ibid., p. 34.

electrones debe estar en vacío⁸⁰, pues “de lo contrario, los electrones colisionarían con las moléculas de aire y serían absorbidos”^{81,82}, los electrones chocan e interactúan con la muestra lo cual produce varias señales que son acopiadas según la señal y los detectores presentes, la magnificación (obtención de imágenes ampliadas) de la imagen es producida por un conjunto de lentes electromagnéticas los cuales mediante un tratamiento adecuado las señales electrónicas son proyectadas en un tubo de rayos catódicos (CRT)^{83,84}.

Figura 7. Microscopio electrónico de barrido SEM.



Fuente: TATIANA. Microscopía electrónica: orígenes y evolución histórica. [Sitio web]; [en línea]: [Fecha de consulta: 28 de abril de 2019] Disponible en: <https://unabiologaenlacocina.files.wordpress.com/2014/06/micros-barr-microscopio-de-barrido.jpg>

⁸⁰ UNIVERSIDAD DE LOS ANDES. Op. cit p. 1

⁸¹ Ibid., p. 1.

⁸² SÁNCHEZ MORENO. Op. cit p. 32-39.

⁸³ Ibid., p. 1-2.

⁸⁴ UNIVERSIDAD DE LOS ANDES. Op. cit p. 1

1.3.2 Caracterización Estructural (DRX). La técnica de difracción de rayos X (XRD, de sus siglas en inglés, X-ray diffractometry) permite realizar el análisis estructural de la muestra a estudiar, permitiendo identificar la estructura cristalina del material⁸⁵, “consiste en identificar y caracterizar estructuras de naturaleza cristalina”⁸⁶, generalmente, esta técnica está enfocada en la “interacción de una onda electromagnética de rayos con una nube electrónica de los átomos de un sólido cristalino”⁸⁷, teniendo que los parámetros de celda son del orden de magnitud de la longitud de onda de la radiación incidente⁸⁸.

“Los rayos X son radiación electromagnética de la misma naturaleza que la luz pero con una longitud de onda mucho menor”⁸⁹, una fracción de esta radiación es absorbida y consecutivamente devuelta en forma de radiación dispersada en todas las direcciones del espacio, las diferentes radiaciones dispersadas se encuentran expuestas a fenómenos de interferencia los cuales son constructivos en direcciones bien definidas, dando lugar al difractograma del cristal⁹⁰, el cual es un gráfico que indica el ángulo de difracción con respecto a la intensidad correspondiente de la muestra analizada⁹¹. Para producir la difracción de rayos x es necesario tener en cuenta la Ley de Bragg⁹², la cual se encuentra representada en la ecuación 1; esta ley establece que los rayos X se reflejan sobre los planos reticulares de los cristales según un ángulo (ángulo θ) que depende del espaciado⁹³; en esencia no ahondaremos en el proceso de cálculo sin embargo el método de identificación consiste en: Obtener los ángulos θ de reflexiones; medir la intensidad reflejada y calcular, mediante la ley de Bragg, los espaciados reticulares⁹⁴, como se puede observar en la ecuación 1.

⁸⁵ MANJARRES MARTÍNEZ. Op. cit p. 18.

⁸⁶ SÁNCHEZ MORENO. Op. cit p. 32-39.

⁸⁷ Ibid., p. 37.

⁸⁸ Ibid., p. 37.

⁸⁹ PEREZ. Difracción de rayos x. Universidad Politécnica de Cartagena. [En línea]. [Fecha de consulta: 17 de septiembre de 2019], p. 2. https://www.upct.es/~minaees/difraccion_rayosx.pdf

⁹⁰ Ibid., p. 38.

⁹¹ SERVICIO GEOLÓGICO MEXICANO. Difracción de rayos X. <https://www.sgm.gob.mx/Web/MuseoVirtual/Minerales/Difraccion-de-rayos-X.html>

⁹² SÁNCHEZ MORENO, Nanopartículas de plata: preparación, caracterización y propiedades con aplicación en inocuidad de los alimentos. Op. cit p. 32-39.

⁹³ MELGAREJO, Joan Carles; PROENZA, Joaquín A.; GALI, Salvador y LLOVET, Xavier. Técnicas de caracterización mineral y su aplicación en exploración y explotación minera. Bol. Soc. Geol. Mex [En línea]. 2010, vol.62, n.1 [Fecha de consulta: 17 de agosto de 2019], pp.1-23. Disponible en: http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1405-33222010000100002&lng=es&nrm=iso. ISSN 1405-3322.

⁹⁴ Ibid., p. 1-23.

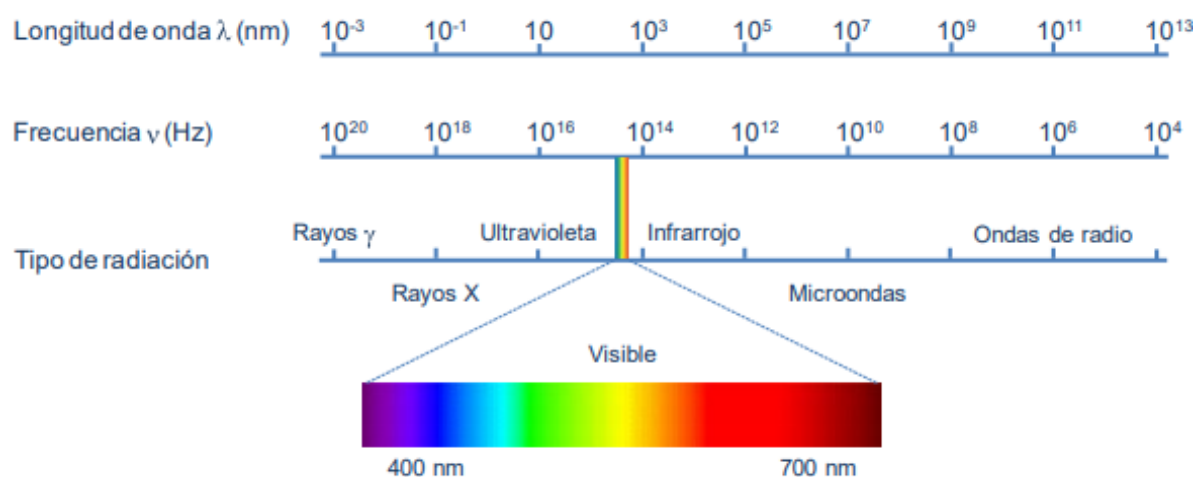
Ecuación 1. Ley de Bragg.

$$\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$$

1.4 PRINCIPIOS DE ESPECTROFOTOMETRÍA

Es un método científico empleado para determinar cuanta luz absorbe una sustancia química; se basa en el empleo de las interacciones entre la radiación electromagnética y la materia; relaciona la absorción de la luz por parte de un compuesto y su concentración^{95,96} (figura 8).

Figura 8. Espectro electromagnético.



Fuente: colorimetría. Ley de Lambert-Beer. [Anónimo] p. 1. disponible en: <http://www.qfa.uam.es/labqui/practicas/practica4.pdf>

La materia cuenta con características ondulatorias de las partículas que las componen por tanto la técnica permite describir las interacciones entre la materia y la radiación electromagnética⁹⁷.

La energía electromagnética está constituida por fotones los cuales tienen como característica una longitud de onda, donde a partir de la longitud de onda, es posible determinar el tipo de sustancia que se está estudiando, para ello se hace incidir luz monocromática (de una sola longitud de onda) sobre un medio

⁹⁵ Fundamentos de espectrofotometría. [Anónimo] [en línea]: [Fecha de consulta: 31 de julio de 2019] Disponible en: https://www.ucursos.cl/odontologia/2010/2/OD0903/1/material_docente/bajar?

⁹⁶ Espectrofotometría. Bases físicas [Anónimo] [en línea]: [Fecha de consulta: 31 de julio de 2019] Disponible en: <http://sgpwe.izt.uam.mx/files/users/uami/remedial/TEORIA/Espectrofotometria.pdf>

⁹⁷ Ibid., p. 1-2.

homogéneo, una parte de la luz incidente es absorbida por el medio y otra transmitida⁹⁸.

La muestra absorbe parte de la radiación que incide en este espectro y promueve la transición del analito (sustancia de interés) hacia un estado de excitación, transmitiendo un haz de menor energía radiante. En esta técnica se mide la cantidad de luz absorbida como función de la longitud de onda utilizada^{99,100}.

1.4.1 Ley de Lambert-Beer. Método matemático, el cual describe la relación entre la concentración y la absorbancia de una muestra, esta ley expresa el modo en que la materia absorbe la luz y afirma que la totalidad de luz que emana de una muestra puede disminuir debido a tres fenómenos de la física^{101,102}:

1. Concentración: Número de materiales de absorción en su trayectoria.
2. Distancia del trayecto óptico: Distancia a atravesar a través de la muestra.
3. Absorbancia: Probabilidad de que un fotón de la misma amplitud de onda se absorba por el material.

La incidencia un haz de luz monocromática por un medio homogéneo, ocasiona la disminución de la intensidad del haz de luz incidente la cual es proporcional al espesor del medio, lo que corresponde a la disminución de intensidad de la luz transmitida exponencialmente al aumentar aritméticamente el espesor del medio absorbente¹⁰³. El modelo describe la relación lineal entre la absorbancia y la concentración de una muestra descrita por la siguiente ecuación:

Ecuación 2. Ley de Lambert-Beer.

$$A = \log_{10} \frac{I_o}{I} = \epsilon bc$$

⁹⁸ Ibid., p. 1-2.

⁹⁹ Espectrofotometría. Op. cit p. 1-2.

¹⁰⁰ BRUNATTI CARLOS. Introducción a la Espectroscopía de Absorción Molecular Ultravioleta, Visible e Infrarrojo Cercano. [en línea]: [Fecha de consulta: 28 de abril de 2019] Disponible en: <http://materias.fi.uba.ar/6305/download/Espectrofotometria.pdf>

¹⁰¹ Ley De bouguer- Lambert-Bee. [Anónimo] disponible en: <https://www.uv.mx/personal/aherrera/files/2014/05/L.-Ley-de-Bouguer-Lambert-Beer-0.pdf>

¹⁰² MANJARRES MARTÍNEZ. Evaluación de la actividad fotocatalítica de la MEZCLA TiO₂/ZnO en la remoción de azul de metileno. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico Fundación Universidad de América. 2019. p. 30. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/7432/1/6141241-2019-2-IQ.pdf>

¹⁰³ Introducción teórica fundamentos de espectrofotometría [anónimo]: [Fecha de consulta 11 de agosto 2019]. p. 1.

Donde A es la absorbancia, I_0 es la intensidad de radiación monocroma que afecta a la muestra, I es la intensidad de la radiación que emerge de la muestra, (ϵ) es la capacidad de absorción molar debido a que es una magnitud característica de la especie absorbente, cuya magnitud depende de la longitud de onda de la radiación incidente. El término c es el concentración de especies absorbentes y b , la distancia recorrida por el haz a través de la muestra¹⁰⁴.

Para su aplicación es necesario elegir previamente la longitud de onda puesto que A como ϵ varían con ella, por lo tanto es necesario obtener previamente el espectro de absorción de la sustancia, el cual se basa en la representación de los valores de absorbancia frente a la longitud de onda expresada en nanómetros (nm), teniendo que del espectro de absorción se selecciona el valor de longitud de onda para el cual la absorbancia es máxima¹⁰⁵.

Según el autor Manjarres Martínez¹⁰⁶, no es conveniente usar la expresión directamente debido a que la recta se construye midiendo la absorbancia de una serie de disoluciones de concentración perfectamente conocida por lo tanto es necesario construir en cada caso la recta de calibrado que confirme que la ecuación de Lambert-Beer se cumple en ese intervalo de concentraciones en el que se trabaja.

1.5 GAS METANO

El metano es el gas hidrocarburo más simple¹⁰⁷, está conformado por un átomo de Carbono (C) y cuatro átomos de Hidrogeno (H); es un gas inodoro e incoloro, poco soluble en agua y de menor densidad que el aire¹⁰⁸ ya que es un compuesto no polar que se encuentra en forma de gas a presión y temperatura atmosférica,

¹⁰⁴ ROCHA, Fábio R. P. and TEIXEIRA, Leonardo S. G.. Estratégias para aumento de sensibilidade em espectrofotometria UV-VIS. *Quím. Nova* [en línea]. 2004, vol.27, n.5 [Fecha de consulta 11 de agosto de 19], pp.807-812. Disponible en: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-40422004000500021&lng=en&nrm=iso. ISSN 0100-4042. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422004000500021>.

¹⁰⁵ MANJARRES MARTÍNEZ. Op. cit p. 30-32.

¹⁰⁶ Ibid., p. 30-32.

¹⁰⁷ ROMO. II. el átomo de carbono, los hidrocarburos, otras moléculas orgánicas, su posible existencia en la tierra primitiva y en otros cuerpos celestes. [en línea]. [Fecha de consulta 19 de septiembre de 19]. Disponible en: http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen1/ciencia2/51/htm/sec_5.html

¹⁰⁸ MANRIQUE. Ciencia básica de los efectos del metano sobre el cambio climático. Estado del arte y escenario de reducción. https://www.cdtdegas.com/images/Descargas/Nuestra_revista/MetFlu9/3_Efectos_del_Metano.pdf

además de ello, es un gas volátil e inflamable, ya que presenta un alto contenido de calor: 13.14 Kcal/g¹⁰⁹.

Las fuentes más comunes de obtención son la extracción de gas natural y biogás¹¹⁰; el metano, de fórmula química CH₄, se forma principalmente por la descomposición de materia orgánica; siendo el principal componente del gas natural, por lo tanto, es un valioso recurso energético¹¹¹, el ciclo biogeoquímico del metanol describe el movimiento y la conversión de elementos, entre los seres vivos y el ambiente por actividades bioquímicas¹¹² en el cual se hallan tres orígenes de las emisiones de este, fuente biogénica: el cual se encuentra relacionado con la degradación de la materia orgánica; fuente pirogenética: se relaciona con la combustión incompleta de la biomasa o los biocombustibles y por último las Fuentes termogénicas: fuentes de combustibles fósiles.

El metano en la atmósfera es considerado como un gas de efecto invernadero - GEI relativamente potente, y por lo tanto uno de los forzadores del fenómeno de Calentamiento Global¹¹³.

1.5.1 Gas natural. El gas natural es una fuente de energía¹¹⁴ como se muestra en la imagen 9 el gas natural natural, el cual es extraído del subsuelo, para su detección, es necesario adicionar un odorizante, el cual permite reconocer su presencia¹¹⁵. Su poder calórico varía entre 900 y 1400 BTU/PC; su componente principal es el metano, el cual puede estar presente entre el 80% y 90%, sin embargo, en la tabla 1 se describe la composición del gas metano en Colombia; en la figura 9 es posible observar como es la distribución del gas natural que se realiza en Colombia, el cual, se suministra desde las redes de gas, hacia los hogares, las industrias y los comercios.

¹⁰⁹ROMO. II. el átomo de carbono, los hidrocarburos, otras moléculas orgánicas, su posible existencia en la tierra primitiva y en otros cuerpos celestes. Op. cit.

¹¹⁰PIRAZAN MESA, Evaluación de la actividad fotocatalítica del TiO₂ sensibilizado a luz visible, en la disminución de la concentración de metano (Gas Natural). Op. cit p. 26.

¹¹¹MANRIQUE. Ciencia básica de los efectos del metano sobre el cambio climático. Estado del arte y escenario de reducción. Op. cit p. 2-3.

¹¹²LOS CICLOS BIOGEOQUÍMICOS. espectrofotometría [anónimo]: [Fecha de consulta 11 de agosto 2019]. Disponible en : <https://ccd89spirit.files.wordpress.com/2013/01/ciclo-bioquimicos.pdf>

¹¹³MANRIQUE. Ciencia básica de los efectos del metano sobre el cambio climático. Estado del arte y escenario de reducción. Op. cit p. 2-3.

¹¹⁴GUERRERO SUAREZ, FERNANDO y LLANO CAMACHO, FERNANDO. gas natural en colombia - gas e.s.p. estud.gerenc. [En línea]. 2003, vol.19, n.87 [cited 2019-10-02], pp.115-146. Disponible en: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0123-59232003000200006&lng=en&nrm=iso. ISSN 0123-5923.

¹¹⁵VANTI GAS NATURAL, El gas natural <https://www.grupovanti.com/co/inicio/hogar/el+gas+natural/1297102453941/que+es.html>

Tabla 1. Composición típica del gas natural por redes en Colombia.

Constituyente	Fórmula química	Composición por volumen (%)
Metano	CH ₄	81.86
Etano	C ₂ H ₆	11.61
Propano	C ₃ H ₈	1.92
I-Butano	C ₄ H ₁₀	0.23
N-Butano	C ₄ H ₁₀	0.22
Nitrógeno	N ₂	0.90
Dióxido de carbono	CO ₂	3.18

Fuente: GRUPOVANTI. Composición típica del gas natural. Disponible en: <https://www.grupovanti.com/co/inicio/hogar/el+gas+natural/1297102453941/que+es.html>

Figura 9. Distribución del gas natural.



Fuente: VANTI GAS NATURAL, El gas natural. Disponible en: <https://www.grupovanti.com/co/inicio/hogar/el+gas+natural/1297102453941/que+es.html>

1.5.2 Metano como contaminante. El metano es uno de los gases de efecto invernadero más peligrosos, esto debido a su potencial de calentamiento, sin embargo, a lo largo de los años se han venido buscando soluciones para su disposición y aprovechamiento como los son los biocombustibles, sin embargo, no todo el metano producido tanto industrial y orgánico se aprovecha de esta manera, debido a que los cultivos de arroz lo producen así mismo las vacas generan metano por tanto a estas emisiones no se les tiene el control adecuado.

Como ya se mencionó anteriormente, el metano cuenta con un potencial de calentamiento 21 veces mayor que el dióxido de carbono¹¹⁶, teniendo que por un millón de toneladas de metano emitidas a la atmosfera es proporcional a emitir 21 millones de toneladas de dióxido de carbono, por lo tanto es necesario generar soluciones que mitiguen estos daños.

1.5.3 Remoción de metano (CH₄). Consiste en la disminución de la carga del contaminante, esta puede darse a partir de un proceso llamado fotodegradación, el cual consiste en reducir por medio de un agente oxidante (dióxido de titanio), la concentración de un contaminante hasta llevarlo a un estado menos peligroso; este estado dependerá de las condiciones a las cuales se lleve la reacción; sin embargo, generalmente se producen los mecanismos presentes en la tabla 2. Los pasos llevados a cabo para la degradación de metano son los siguientes:

Tabla 2. Reacciones de fotodegradación gas metano.

pasos	Reacciones
Formación de pares electrón	$TiO_2 + hv \rightarrow e^- + h^+$
Ionosorción del oxígeno	$e^- + O_2 \rightarrow O_2^{\cdot-}$
Reacción de OH ⁻ con el h ⁺	$h^+ + (H_2O \leftrightarrow H^+ + OH^-) \rightarrow OH^{\cdot} + H^+$
Formación de OH ₂ [·]	$O_2^{\cdot-} + H^+ \rightarrow OH_2^{\cdot}$
Formación transitoria de H ₂ O ₂	$2OH_2^{\cdot} \rightarrow H_2O_2 + O_2$
Reacción de H ₂ O ₂ con el e ⁻	$e^- + H_2O_2 \rightarrow OH^{\cdot} + OH^-$
Degradación de metano CH ₄	$4CH_4^+ + 7O_{2(g)} \rightarrow 2HCOO^-$

Fuente: FUENTE: CLAVIJO. Julio. Sobre las reacciones de eliminación de compuestos contaminantes de aguas por fotocatalisis con TiO₂/UV: caso azul de metileno.2013, pg 5. Citado por Angy Pirazan. Modificado por el autor.

1.6 LABORATORY VIRTUAL INSTRUMENT ENGINEERING WORKBENCH (LabVIEW)

Por sus siglas en inglés (Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench) es un entorno de lenguaje de programación gráfico que utiliza iconos en lugar de líneas de texto para crear aplicaciones. Una de estas aplicaciones es la adquisición de datos, control y automatización.^{117,118} Con él, es posible, visualizar,

¹¹⁶ GREEN FACTS, Potencial de calentamiento. Op. cit

¹¹⁷ Manual, N. L. U. National Instruments (2003).

¹¹⁸ BELTRÁN GONZÁLEZ, Tatiana carolina y RIVERA SÁNCHEZ, Cristian David. Construcción de un reactor fotocatalítico monitoreado por LabVIEW para determinar el ciclo de vida de la ilmenita. [En línea]. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico e Ingeniero Mecánico. Fundación Universidad de América, 2019. p. 28. [Consultado 14 Octubre 2018]. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6905/1/4122562-2018-2-IM.pdf>

automatizar y configurar resultados de pruebas, lo que permite un seguimiento continuo a partir de una sola herramienta¹¹⁹.

LabVIEW proporciona una perspectiva de programación gráfica la cual permite visualizar cada aspecto de su aplicación, incluyendo configuración de hardware, datos de medidas y depuración¹²⁰, a partir de esta visualización es más sencillo realizar la integración del hardware, ya que es posible representar una lógica compleja en el diagrama de bloques, desarrollando algoritmos de análisis de datos los cuales permiten diseñar interfaces de usuario personalizadas¹²¹.

Figura 10. Partes de un Sistema DAQ.



Fuente: NATIONAL INSTRUMENTS. ¿Qué es Adquisición de Datos? [en línea] Disponible en: <https://www.ni.com/data-acquisition/what-is/esa/>

Para realizar la adquisición de los datos obtenidos a partir del sensor es necesario la implementación de un dispositivo de adquisición de datos, como se indica en la figura 10, para el desarrollo de este proyecto se hará uso de la tarjeta de adquisición de datos NI- My DAQ debido a que es la interface encargada de convertir la señal analógica en una señal digital que pueda ser aceptada y leída por el computador, como elemento fundamental en la adquisición que permite el

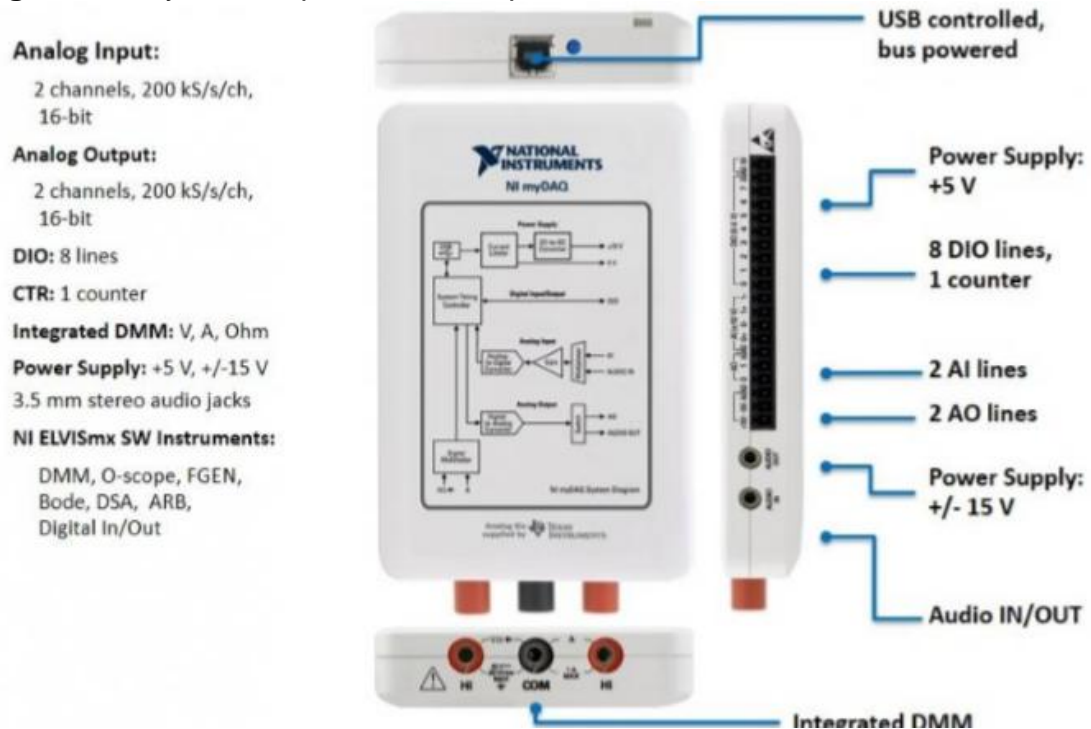
¹¹⁹ NATIONAL INSTRUMENTS. 7 Características Esenciales de LabVIEW NXG para Pruebas Automatizadas [Anónimo] [en línea]: [Fecha de consulta: 28 de abril de 2019] Disponible en: <http://www.ni.com/es-co/innovations/white-papers/18/7-essential-features-of-labview-nxg-for-automated-test.html>

¹²⁰ NATIONAL INSTRUMENTS, Acelere la Ingeniería [en línea]: [Fecha de consulta: 28 de abril de 2019] Disponible en: <http://www.ni.com/es-co/shop/labview.html>

¹²¹ Ibid.,

arreglo de señales generadas desde el ordenador PC o adquiridas desde un sensor¹²². Como se muestra en la figura 11 la tarjeta está conformada por dos entradas y salidas análogas, ocho entradas y salidas digitales además de salida de audio, una línea de alimentación y un multímetro digital.¹²³

Figura 11. MyDAQ dispositivo de adquisición de datos.



Fuente. BELTRÁN GONZÁLEZ, Tatiana carolina y RIVERA SÁNCHEZ, Cristian David. Construcción de un reactor fotocatalítico monitoreado por LabVIEW para determinar el ciclo de vida de la ilmenita. [En línea]. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico e Ingeniero Mecánico. Fundación Universidad de América, 2019. p. 28. [Consultado 14 octubre 2018]. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6905/1/4122562-2018-2-IM.pdf>

1.7 CINÉTICA QUÍMICA

A partir del estudio cinético se determinan variables que permiten realizar un análisis específico a unas determinadas condiciones, por lo tanto, para dicho proceso es indispensable establecer las variables para su desarrollo. En el estudio cinético se realiza un seguimiento de la velocidad de las reacciones, determinando

¹²² ZURIDA, A. Z., FAIRUZ, S. S., & RISBY, M. S. Conceptual Design of Wireless DAQ System for Vehicle Blast Testing. *Procedia Computer Science*, 2016, 94, 502-509.

¹²³ BELTRÁN; RIVERA SÁNCHEZ. Op. cit p. 28.

el cambio en la concentración de ciertas especies con respecto al tiempo, a condiciones específicas, por lo tanto la cinética permite determinar la velocidad a la que una reacción ocurre con relación al mecanismo de reacción^{124,125}.

“La cinética química puede definirse como el estudio de todos los aspectos de la velocidad con que un sistema químico se acerca a una condición de equilibrio”¹²⁶ por lo tanto es un fundamento básico para el seguimiento de procesos que involucran la disminución de la concentración de un contaminante, ya que este proporciona una guía básica para su estudio.

El seguimiento de la velocidad puede hacerse mediante la técnica de espectrofotometría, si se trabaja en entornos líquidos, mientras para entornos gaseosos, es posible realizar el seguimiento por medio de sensores, los cuales realizaran un monitoreo continuo de la especie a analizar.

Para ello se hará el uso de la siguiente ecuación, la cual permite determinar la velocidad cinética de la reacción¹²⁷.

Ecuación 3. Velocidad cinética.

$$k = [A]^m[B]^n$$

Donde A es considerado el gas metano (CH₄) y B es considerado oxígeno (O₂); los exponentes m y n son los órdenes de reacción, sabiendo que suma de ellos da como resultado el orden global de la reacción.

¹²⁴ MELÉNDEZ ZAMBRANO, Nicolás y NAVARRO RAMÍREZ, María Alejandra. Evaluación de la degradación de azul de metileno mediante la técnica de oxidación de aire húmedo con peróxido de hidrogeno empleando óxidos mixtos de Mn, Cu Y/O Fe como catalizador para el tratamiento de aguas residuales provenientes del laboratorio de microbiología de la pontificia universidad javeriana. [En línea]. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América, 2019. [Consultado 14 Octubre 2019]. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/7394/1/6132170-2019-1-IQ.pdf>

¹²⁵ CASTRO CARREÑO, Nathalia y ROJAS CHITIVA, Wilson Javier. Síntesis de óxidos mixtos de Mn-fe mediante el método de auto combustión para la degradación de cristal violeta en aguas residuales. [En línea]. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América, 2019. [Consultado 14 Octubre 2019]. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6703/1/6102548-2018-1-IQ.pdf>

¹²⁶ HARRIS, Gordon M. Cinética Química. Boston: D.C. Heath and Company, 1973. p. 2. Citado por MELÉNDEZ ZAMBRANO, Nicolás y NAVARRO RAMÍREZ, María Alejandra. Evaluación de la degradación de azul de metileno mediante la técnica de oxidación de aire húmedo con peróxido de hidrogeno empleando óxidos mixtos de Mn, Cu Y/O Fe como catalizador para el tratamiento de aguas residuales provenientes del laboratorio de microbiología de la pontificia universidad javeriana. [En línea]. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América, 2019. [Consultado 14 Octubre 2019]. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/7394/1/6132170-2019-1-IQ.pdf>

¹²⁷ CASTRO CARREÑO, Nathalia y ROJAS CHITIVA, Wilson Javier. Op. cit p. 44.

1.7.1 Orden de la reacción. El orden de reacción, matemáticamente es el exponente del término de la concentración¹²⁸, este, describe la cantidad de partículas que reaccionan para formar un producto. “el orden de reacción se define como el orden en que las partículas de los reactivos colisionan para producir un producto”¹²⁹, teniendo que estos exponentes son calculados experimentalmente.

Cuando las reacciones no son elementales, los valores m y n expuestos en la ecuación 3, pueden tomar valores fraccionarios y/o negativos, sin embargo, para reacciones elementales, las reacciones pueden tomar órdenes simples según su comportamiento, estos toman valores de cero a dos como se indica en la tabla 3.

Cuadro 1. Velocidades de reacción.

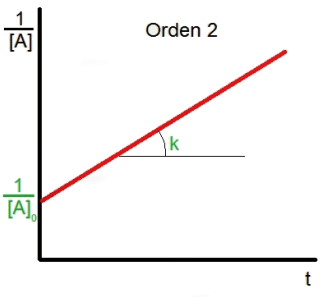
Orden de reacción	Ley de velocidad	Descripción	Gráficas
Orden cero	$[A] = -kt + [A]_0$	La velocidad es independiente de la concentración del reactivo, sobresale en reacciones heterogéneas.	<p>Gráfico 1. Orden cero.</p>
Orden uno	$\ln[A] = -kt + \ln[A]_0$	La velocidad depende del reactivo.	<p>Gráfico 2. Orden uno.</p>

¹²⁸ UNIVERSIDAD DE ALCALÁ. Velocidades y mecanismos de las reacciones químicas.

http://www3.uah.es/edejesus/resumenes/QG/Tema_11.pdf

¹²⁹ Ibid.

Cuadro 1. (Continuación)

Orden de reacción	Ley de velocidad	Descripción	Gráficas
Orden dos	$\frac{1}{[A]} = kt + \frac{1}{[A]_0}$	La velocidad depende de la concentración de uno de los reactivos elevada a la segunda potencia o de la concentración de dos reactivos diferentes, cada uno elevado a la primera potencia ¹³⁰ .	Gráfico 3. Orden dos. 

Fuente: elaboración propia, con base en VIDEO CINÉTICA QUÍMICA. [Anónimo] [En línea] disponible en: <http://videoquimica2015.blogspot.com/2015/02/11-cinetica-quimica.html> [Consultado 14 Octubre 2018]

1.7.2 Constante cinética. La constante de velocidad, se encuentra en función de la presión y la temperatura.

Ecuación 4. Ecuación de Arrhenius, constante de velocidad.

$$k = Ae^{\frac{-E_a}{RT}}$$

Donde A es el factor preexponencial factor de frecuencia, E_a la energía de activación, T temperatura de reacción, R es la constante universal de los gases. Al analizar la ecuación se puede deducir que la constante de velocidad es directamente proporcional al factor preexponencial, es decir, entre mas choques ocurran entre las moléculas reaccionantes mayor será la constante de velocidad.

¹³⁰ CRUZ MERCHÁN, Humberto y MORA LANCHEROS, José Sntiago. Reacciones químicas de segundo orden. [Diapositivas], [En línea] 2017, p. 3 Disponible en: <https://es.slideshare.net/cruzumberto1/reacciones-quimicas-de-segundo-orden>

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1 EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD FOTOCATALITICA DEL DIOXIDO DE TITANIO (TiO₂) SIN MODIFICAR Y MODIFICADO

Este capítulo describe el desarrollo experimental del trabajo de grado, en el cual se realizaron experimentos en un foto-reactor a escala laboratorio en donde se evaluaron diferentes aspectos para determinar su efectividad en la remoción de un contaminante; inicialmente se evaluaron las películas de TiO₂ modificadas y sin modificar para comprobar si efectivamente degradaban un contaminante, esta prueba se realizó por medio de azul de metileno con aireación en presencia de luz visible y luz ultravioleta; posteriormente se realizó un diseño experimental por duplicado, el cual garantiza la minimización de los errores experimentales¹³¹.

2.1.1 Protocolo de lavado de vidrios. El vidrio es una alternativa para el soporte de la suspensión debido a que es inerte y estable químicamente¹³²; además es económico y es recomendado porque con su implementación en los procesos de degradación impide que gran parte del catalizador tenga que ser recuperado por medio de otros procesos, por lo tanto el vidrio proporciona un soporte de bajo costo el cual evita que los costos se alcen además de demostrarse que es un soporte efectivo para estos procesos¹³³.

Para que el sustrato pueda aprovecharse en su totalidad el vidrio debe ser sometido a un protocolo de limpieza, el cual le concede las características necesarias para lograr la adhesión de la mezcla de TiO₂; esta limpieza se realiza a partir de solución sulfocrómica, la cual permite que la grasa que se encuentra en el vidrio sea eliminada en su totalidad; esta solución es usada cuando en el soporte se presentan incrustaciones de grasas y productos orgánicos¹³⁴; para su limpieza es necesario seguir el protocolo propuesto y usar los reactivos adecuados descritos en el cuadro 2; los soportes utilizados en el proceso fueron vidrios de

¹³¹ GUZMÁN, Miguel. El error experimental en la investigación científica: cuantificación de elementos contribuyentes. [consultado 30 de septiembre de 2019]. Disponible en: <http://iris.paho.org/xmlui/bitstream/handle/123456789/17596/v79n2p121.pdf;jsessionid=18098B818B909366109BFE89333012F6?sequence=1>

¹³² CABEZAS CARRERO, TORRES QUINTERO. Evaluación preliminar de la película de TiO₂ soportada en vidrio y del TiO₂ modificados con recubrimientos de plata en la degradación de azul de metileno. Trabajo de grado. Fundación Universidad de América 2011. [Consultado 17 mayo de 2019].

¹³³ BOHORQUEZ BONILLA, Emily Dayana. Determinación del ciclo de vida de las películas de tío2/cuo/Ag y su efecto antimicrobiano sobre E.coli en luz visible. op cit p. 34.

¹³⁴ POVEDA VARGAS, Paola Gisell. Evaluación del ciclo de vida de las películas de la mezcla tío2 /cuo para la inactivación fotocatalítica de la E.coli en presencia de luz visible. op cit p. 36.

borosilicato, los cuales mostraron gran versatilidad en cuanto a todos los tratamientos aplicados.

Cuadro 2. Reactivos destinados para el lavado de vidrios.

Reactivo	Descripción
Agua desionizada	Solvente el cual elimina los residuos de los reactivos empleados para el proceso de limpieza.
Jabón desionizado	Solvente que permite limpiar y desengrasar el vidrio.
Solución sulfocrómica	Solución usada para la limpieza profunda del vidrio, adecuada para eliminar grasa y materia orgánica, es una solución diluida de dicromato de potasio en ácido sulfúrico concentrado.

Fuente: elaboración propia.

El siguiente diagrama describe el procedimiento que se debe llevar a cabo para el lavado de vidrios.

Figura 12. Proceso de lavado de vidrios.

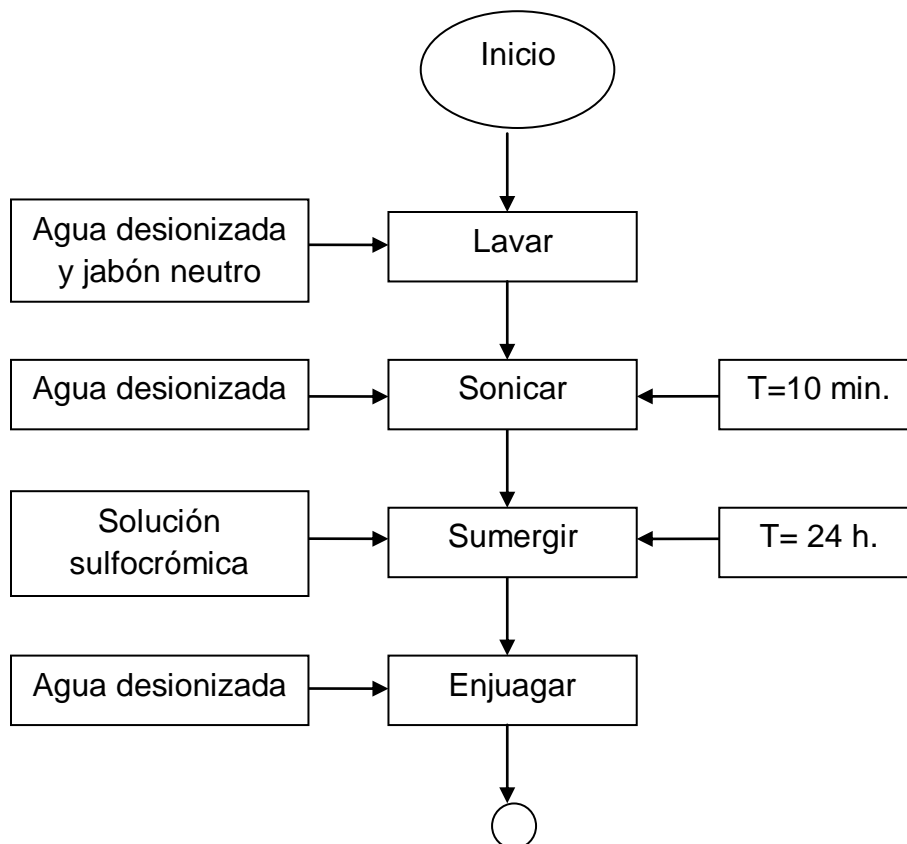
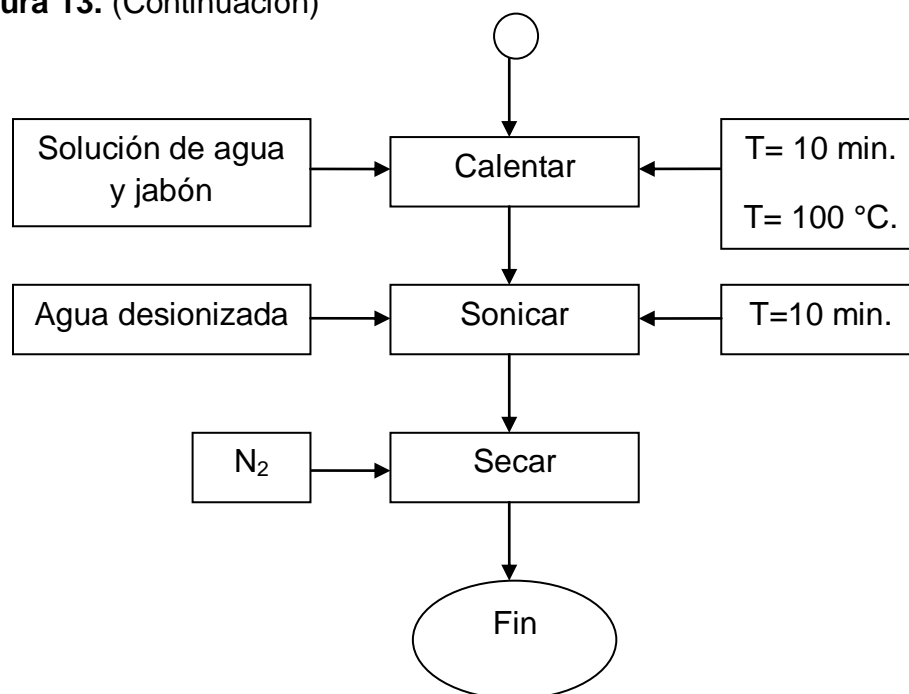


Figura 13. (Continuación)



Fuente: BOHORQUEZ BONILLA, Emily Dayana. Determinación del ciclo de vida de las películas de $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ y su efecto antimicrobiano sobre E.coli en luz visible. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América, 2019. [Consultado 14 Octubre 2018].p 35. Modificado por el autor.

2.1.2 Preparación y activación de la mezcla TiO_2 . Este procedimiento se ejecutó por medio de revisión bibliográfica, ya que según el autor Manjarres¹³⁵, para obtener mejores resultados es necesario realizar una suspensión a partir de un polvo de alta pureza de TiO_2 , ya que las suspensiones con esta formulación tuvieron buena adherencia a la película de vidrio, por consiguiente se obtuvieron altos porcentajes de remoción de azul de metileno como contaminante esto según el autor mencionado, por lo tanto se siguieron las indicaciones con sus respectivas recomendaciones para obtener la suspensión más eficiente para el desarrollo del proceso.

Para su desarrollo se usaron los reactivos presentes en la tabla 3 con las cantidades especificadas, estos reactivos se mezclan hasta lograr una consistencia cremosa, este proceso dura aproximadamente 20 minutos, sin embargo puede prolongarse más dependiendo la calidad de los reactivos utilizados; teniendo en cuenta el procedimiento empleado cabe resaltar que el

¹³⁵ MANJARRES MARTÍNEZ, Jessica Daniela. Evaluación de la actividad fotocatalítica de la mezcla TiO_2/ZnO en la remoción de azul de metileno. Op cit70 p.

proceso debe realizarse de la forma más inocua posible debido a que la mezcla también es un determinante para la adherencia a la película, ya que si no se mantienen las porciones suministradas en la tabla 3, no se lograría el resultado esperado de este proceso, por tanto es necesario seguir el protocolo especificado para garantizar el éxito del procedimiento.

Tabla 3. Reactivos utilizados para la elaboración de la suspensión.

Reactivos	Fórmula	Descripción	Cantidad
Agua destilada	H ₂ O	Solvente.	50 (mL)
Dióxido de titanio	TiO ₂	Soluto	48 (g)
Etilenglicol	C ₂ H ₆ O ₂	Solvente.	48 (mL)
Isopropanol	C ₃ H ₈ O	Solvente.	25 (mL)

Fuente: MANJARRES MARTÍNEZ, Jessica Daniela. Evaluación de la actividad fotocatalítica de la mezcla TiO₂/ZnO en la remoción de azul de metileno. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América, 2019. [Consultado 14 octubre 2019]. p 45. Modificado por el autor.

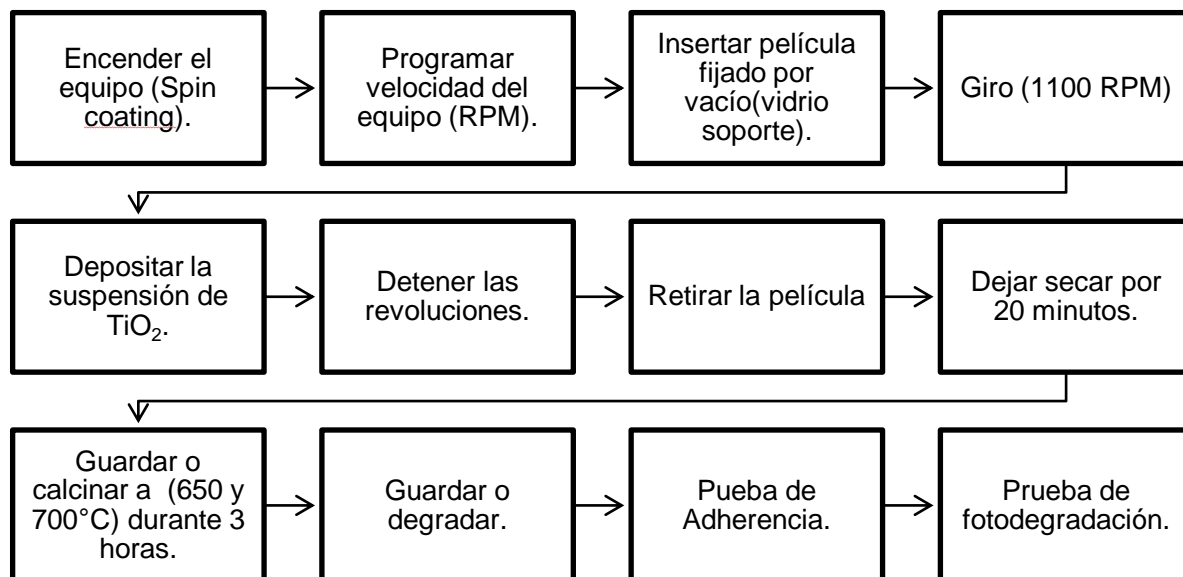
2.1.3 Deposición de la mezcla por método spin coating. La deposición se lleva a cabo por el método Spin Coating ya establecido (figura 14), para este procedimiento se tuvo en cuenta la velocidad de giro del Spin Coating, la cual fue de 1100 RPM, teniendo en cuenta que el soporte de la suspensión debe estar perfectamente limpio para que la suspensión se adhiera completamente. A continuación, se encuentra detallado el protocolo a seguir presente en la figura 14, las cuales fueron calcinadas a 650°C y 700°C. En la figura 13 se puede apreciar el equipo de Spin Coating, en donde se sintetizaron las películas de dióxido de titanio.

Figura 14. Spin Coating, Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá.



Fuente: elaboración propia.

Figura 15. Protocolo de deposición de mezcla TiO₂ por el método Spin Coating.



Fuente: elaboración propia.

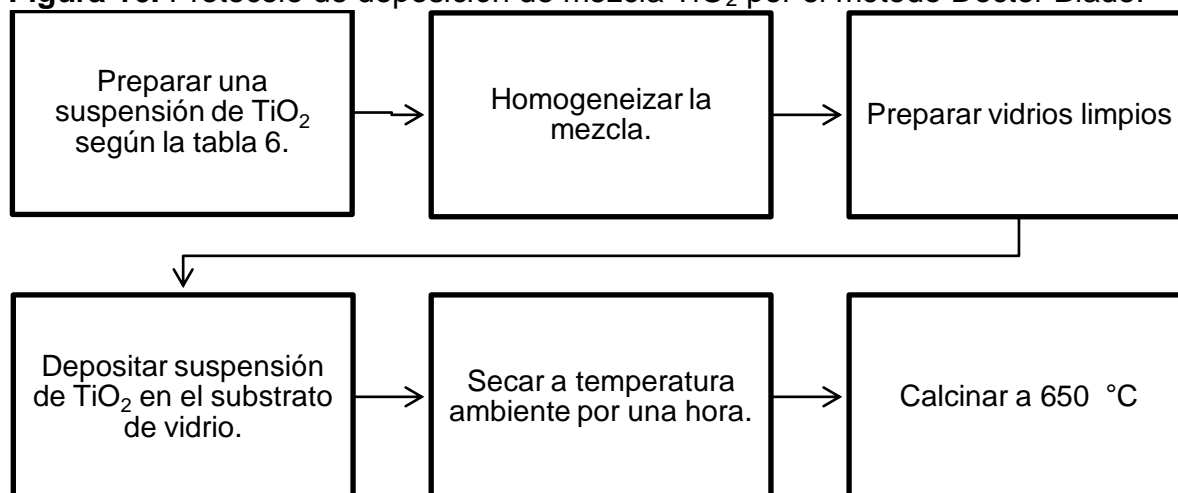
2.1.4 Deposición de la mezcla por método Doctor Blade. Para su desarrollo fue necesario preparar una suspensión la cual se adhiriera completamente al sustrato, sin embargo como la deposición en el sustrato no es la misma, es necesario, evaluar una nueva formulación de la suspensión para su respectiva deposición en el sustrato (vidrio de borosilicato) para ello se siguió el siguiente procedimiento teniendo en cuenta que la suspensión fue preparada para 20 películas de TiO₂, por lo tanto, para una mayor cantidad de películas, es necesario volver a preparar la suspensión con las cantidades especificadas, ya que si se duplican, se corre el riesgo de que la adhesión no tenga los mismos resultados, las cantidades de cada reactivo se encuentran especificadas en la tabla 4, el protocolo a seguir se encuentra especificado en la figura 15.

Tabla 4. Reactivos para la elaboración de la suspensión.

Reactivos	Fórmula	Descripción	Cantidad
Dióxido de titanio	TiO ₂	Sustrato	20 (g)
Etilenglicol	C ₂ H ₆ O ₂	Solvente.	10 (mL)
Agua destilada	H ₂ O	Solvente.	13 (mL)
Isopropanol	C ₃ H ₈ O	Solvente.	6 (mL)

Fuente: elaboración propia.

Figura 16. Protocolo de deposición de mezcla TiO₂ por el método Doctor Blade.



Fuente: elaboración propia.

2.1.5 Modificación de películas de TiO₂ con nanopartículas de plata. Para ello se realizaron Cuatro procedimientos diferentes mostrados a continuación, teniendo en cuenta los reactivos presentes en la tabla 5.

Tabla 5. Reactivos usados para la modificación de las películas de TiO₂/NPs Ag.

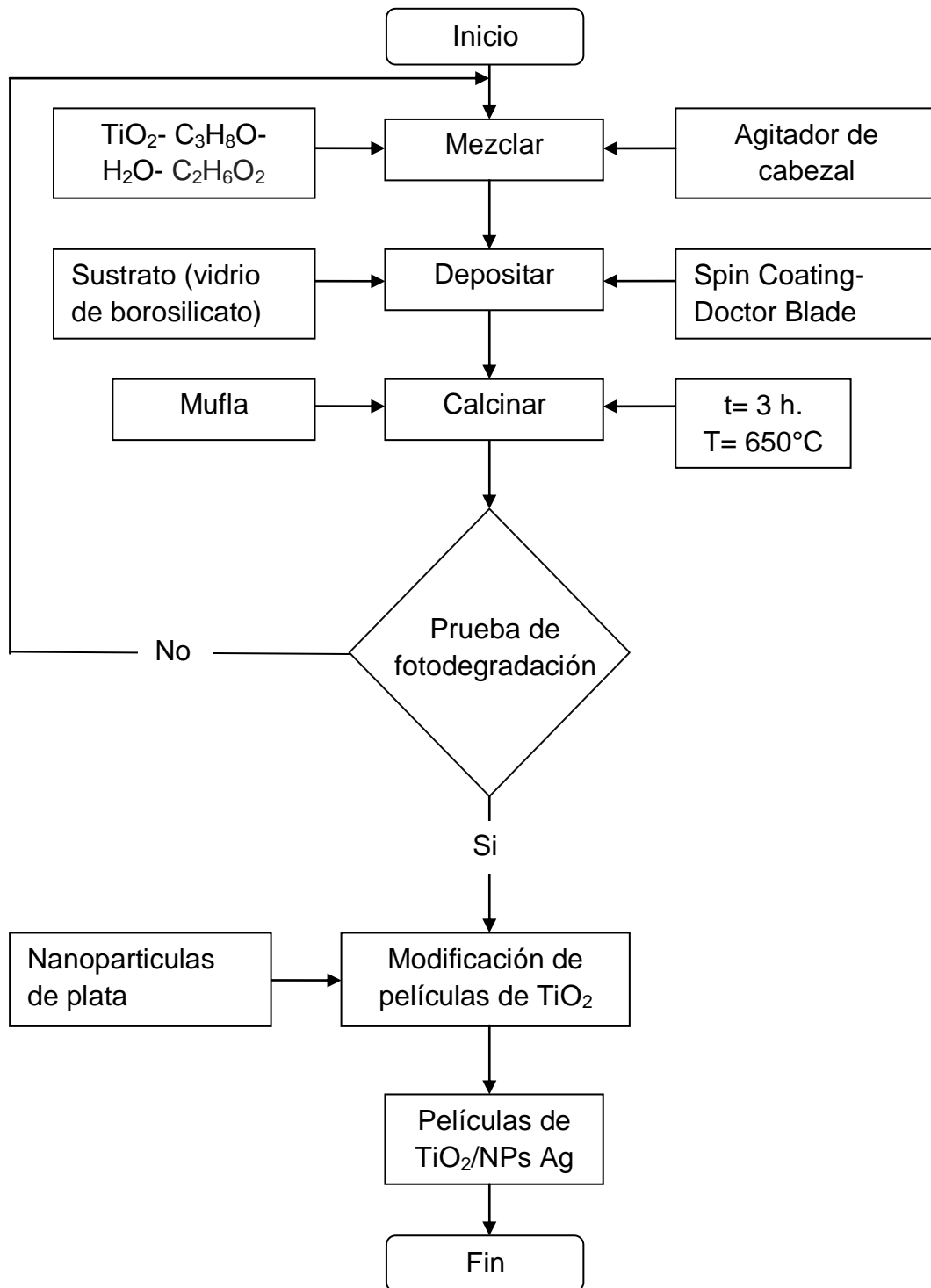
Método	Reactivo	Fórmula	Descripción	Concentración
Fotorreducción.	Agua desionizada	H ₂ O	Solvente	-
	Nitrato de plata	AgNO ₃	soluto	0,02 M
Fotorreducción - poliol.	Agua desionizada	H ₂ O	Solvente	-
	Metanol	CH ₃ OH	Disolvente-agente reductor	0,1 M
	Nitrato de plata	AgNO ₃	soluto	0,0002 M
Síntesis verde	Agua desionizada	H ₂ O	solvente	-
	Miel	-	Estabilizante	1 M
	Nitrato de plata	AgNO ₃	Soluto	0.02 M
Síntesis verde-poliol.	Agua desionizada	H ₂ O	Solvente	-
	Etilenglicol	C ₂ H ₆ O ₂	Disolvente-agente reductor	0,2 M
	Miel	-	Estabilizante	1 M
	Nitrato de plata	AgNO ₃	Soluto	0.02 M

Fuente: elaboración propia.

Para seguir con la modificación de las películas de dióxido de titanio, teniendo en cuenta la tabla 5, es necesario tener en cuenta, que la modificación de las películas con las nanopartículas se realiza por el método de Dip Coatig, descrito en las figuras 17, 18, 19 y 20; esto según el método especificado.

Sin embargo, antes de proceder a las modificaciones se debe tener en cuenta el protocolo presente en la figura 16.

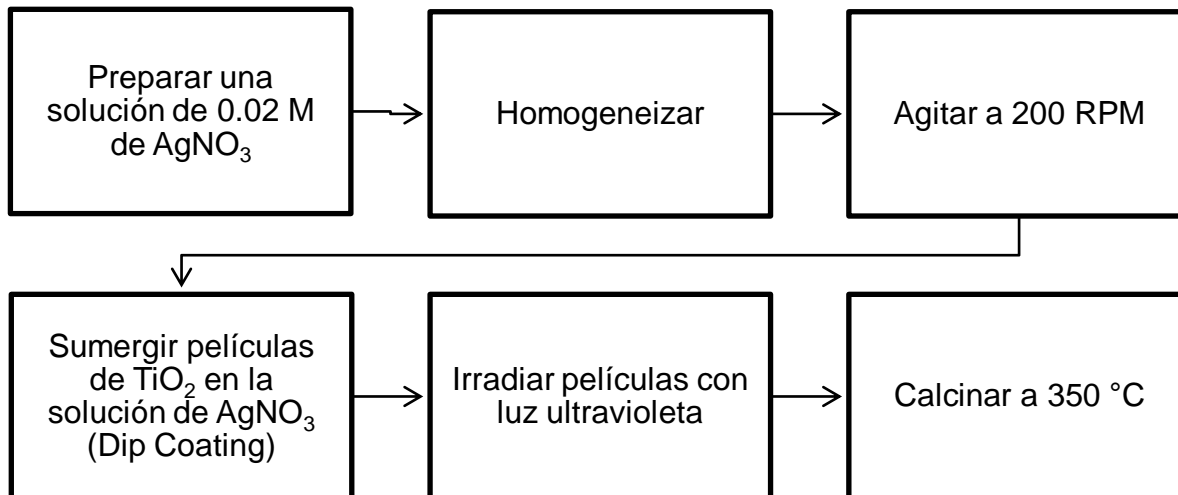
Figura 17. Protocolo para la elaboración de películas TiO₂/NPs Ag.



Fuente: MANJARRES MARTÍNEZ, Jessica Daniela. Evaluación de la actividad fotocatalítica de la mezcla TiO₂/ZnO en la remoción de azul de metileno. Proyecto

Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América, 2019. [Consultado 14 Octubre 2019].p 52. Modificado por el autor.

Figura 18. Método 1. Fotorreducción.



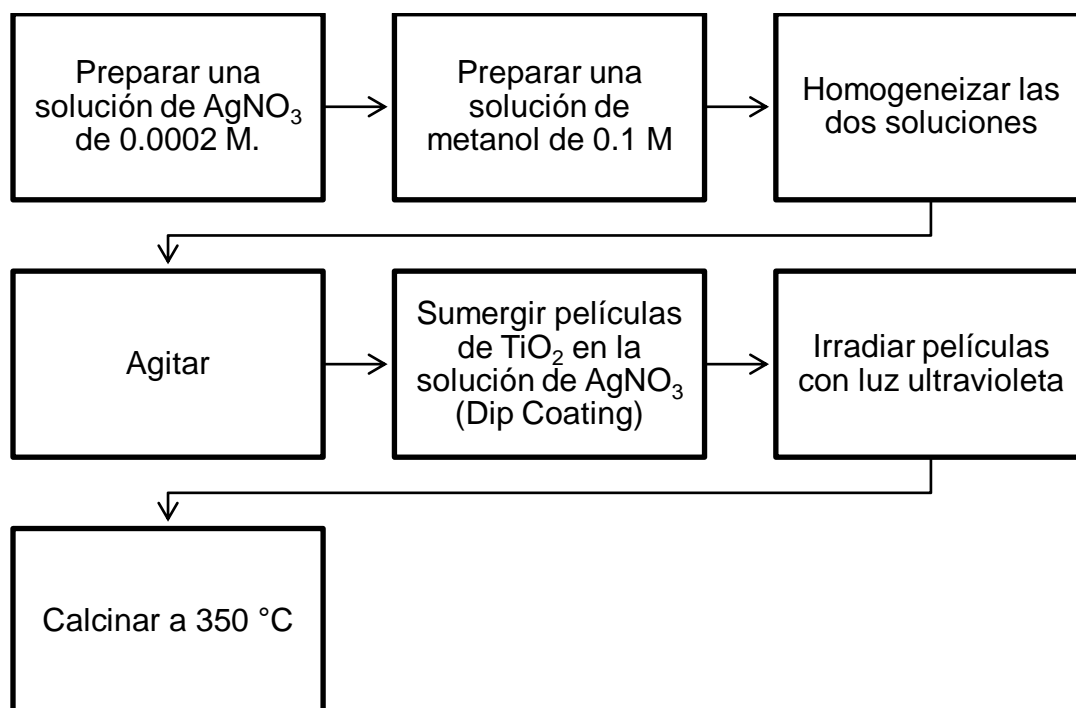
Fuente: BOHORQUEZ BONILLA, Emily Dayana. Determinación del ciclo de vida de las películas de TiO₂/CuO/Ag y su efecto antimicrobiano sobre E.coli en luz visible. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América, 2019. [Consultado 14 Octubre 2018].p 35. Modificado por el autor.

En el método de fotorreducción se realizaron modificaciones al procedimiento especificado por los autores Bohórquez Bonilla y Cabezas Carrero, debido a que en el procedimiento se obtienen partículas de plata de 0.2 micrómetros, por lo tanto se decidió reducir la concentración de la solución de AgNO₃ para observar el comportamiento de las partículas de plata^{136,137}. Para su desarrollo se realizó una solución a partir de nitrato de plata analítico con una concentración de 0.02 M y se irradió con luz ultravioleta para poder realizar la fotorreducción de la plata.

¹³⁶ BOHORQUEZ BONILLA, Emily Dayana. Op. Cit. p.

¹³⁷ CABEZAS CARRERO, Ledy Vanessa y TORRES QUINTERO, Edna Lorena. Evaluación preliminar de la película de tio2 soportada en vidrio y del TiO2 modificados con recubrimientos de plata en la degradación de azul de metileno. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América. Facultad de Ingenierías, 2012. 61 p.

Figura 19. Método 2. Fotorreducción - polioli.



Fuente: WANG. et al. Selective photocatalytic carbon dioxide conversion with Pt@Ag-TiO₂ nanoparticles, *Catalysis Communications*, Volume 108, 2018, p 98-102, ISSN 1566-7367, <https://doi.org/10.1016/j.catcom.2018.02.004>. Modificado por el autor.

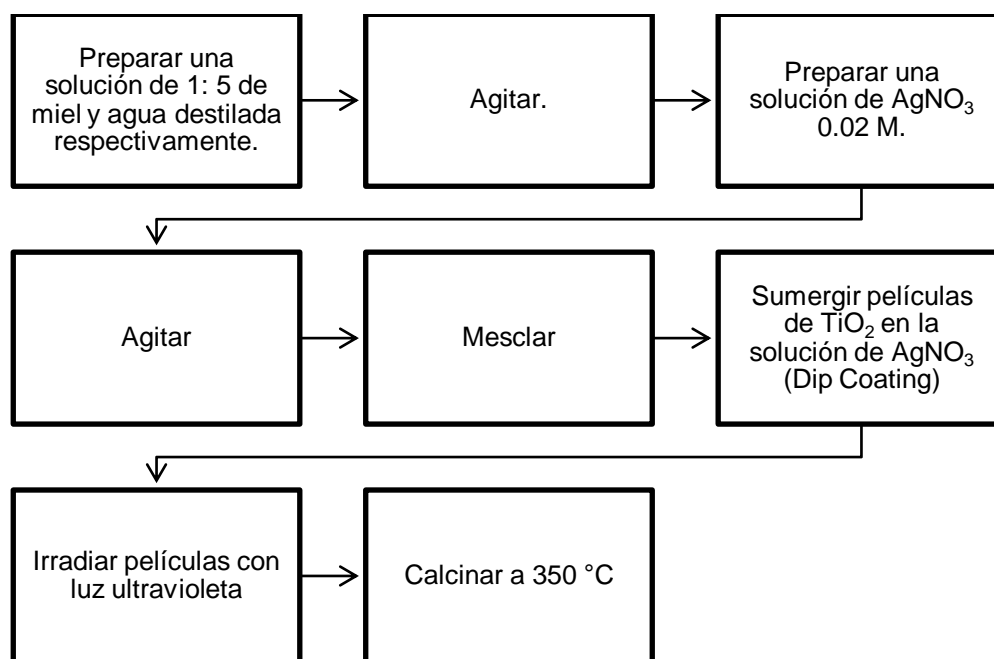
En el método de Fotorreducción - polioli se realizó la obtención de nanopartículas de plata por el método polioli, el cual consiste en el uso de un alcohol como disolvente, actuando como agente reductor^{138,139}.

Para el desarrollo de este fue necesaria la búsqueda bibliográfica en donde el polioli no interviniera en la suspensión de dióxido de titanio, teniendo que el metanol, era la mejor opción para este.

¹³⁸ RENGIFO MARAVI, Joel Claudio. Síntesis y caracterización de nanopartículas de cobre por el proceso polioli asistido vía microondas [En línea]. Tesis para optar el título profesional de Químico. Lima – Perú. Universidad nacional mayor de san Marcos. 2016. 3-4 p. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: http://cybertesis.unmsm.edu.pe/bitstream/handle/cybertesis/6171/Rengifo_mj.pdf?sequence=2&isAllowed=y

¹³⁹ YAN WANG, et al. Selective photocatalytic carbon dioxide conversion with Pt@Ag-TiO₂ nanoparticles [En línea]. *Revista Catalysis Communications*, Volume 108, 2018, Pages 98-102, [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.catcom.2018.02.004>. (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1566736718300530>) ISSN 1566-7367.

Figura 20. Método 3. Síntesis verde de nanopartículas de plata usando extracto de miel de abeja.



Fuente: EL-DEEB, Nehal, et al. Novel Trend in Colon Cancer Therapy Using Silver Nanoparticles Synthesized by Honey Bee [En línea]. Revista Journal of J Nanomedicine & Nanotechnology. 2015, [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.longdom.org/open-access/novel-trend-in-colon-cancer-therapy-using-silver-nanoparticles-synthesized-by-honey-bee-2157-7439.1000265.pdf>. Modificado por el autor.

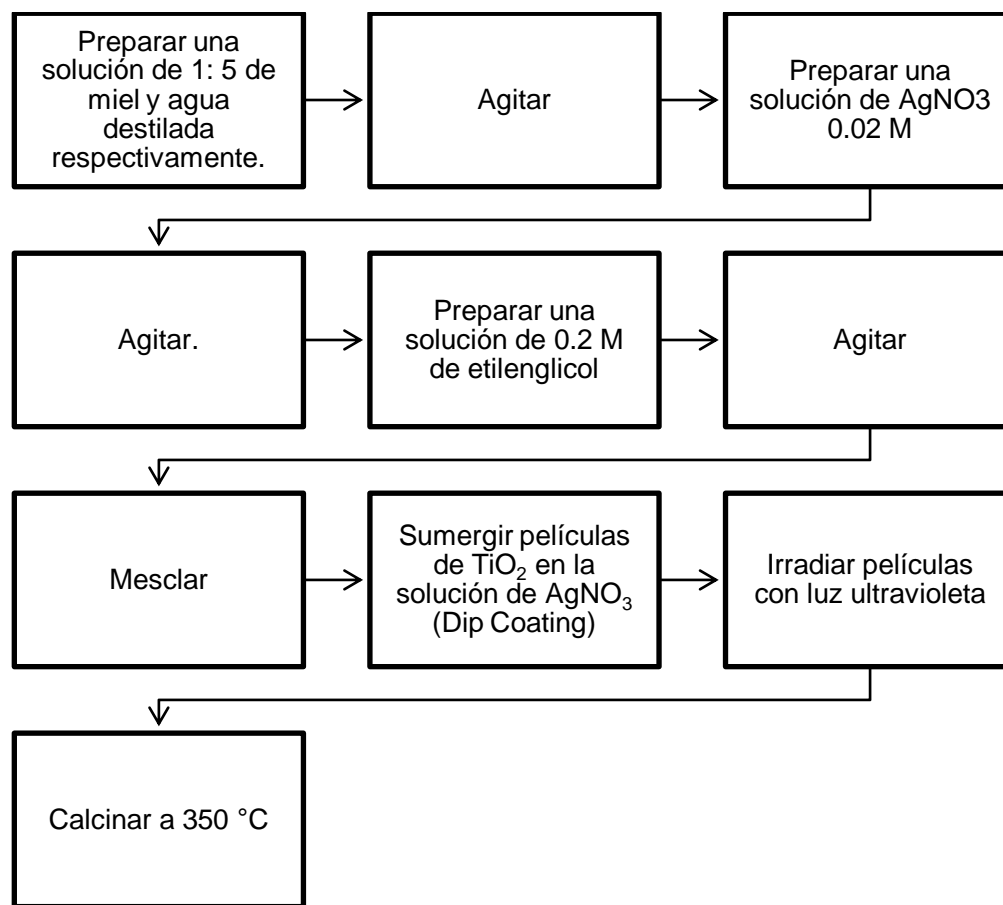
RUIZ DE LARRAMENDI, Idoia. Práctica 3. Síntesis de nanopartículas de plata mediante química verde. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: https://ocw.ehu.es/pluginfile.php/12719/mod_resource/content/3/Practica%2003%20-%20Nanotecnolog%C3%ADa%20y%20qu%C3%ADmica%20verde.pdf

El método de Síntesis verde se realizó por medio de revisión bibliográfica^{140,141} en este asegura que se puede usar azúcar o miel de abeja¹⁴² como agente reductor y anti-aglomerante^{143, 144}.

¹⁴⁰ RUIZ DE LARRAMENDI, Idoia. Práctica 1. Influencia del tamaño de partícula en las propiedades físicas de nanopartículas de Au. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: https://ocw.ehu.es/pluginfile.php/12717/mod_resource/content/6/Practica%2001%20-%20Nanopart%C3%ADculas%20de%20Au_rev.pdf

¹⁴¹ M EL-DEEB, Nehal, et al. Novel Trend in Colon Cancer Therapy Using Silver Nanoparticles Synthesized by Honey Bee [En línea]. Revista Journal of J Nanomedicine & Nanotechnology. 2015, [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.longdom.org/open-access/novel-trend-in-colon-cancer-therapy-using-silver-nanoparticles-synthesized-by-honey-bee-2157-7439.1000265.pdf>

Figura 21. Método 4. Síntesis verde- poliol.



Fuente: elaboración propia.

En el método de Síntesis verde- poliol se realizó una modificación a los métodos dos y tres, debido a que en ellos se obtuvo resultados prometedores, por lo tanto se realizó la reducción de las partículas de plata por el método poliol, sin embargo

access/novel-trend-in-colon-cancer-therapy-using-silver-nanoparticles-synthesized-by-honey-bee-2157-7439.1000265.pdf

¹⁴²DÍAZ ACOSTA, Edgar Manuel. Nanopartículas de plata: síntesis y funcionalización. Una breve revisión [En línea]. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <http://www.mundonano.unam.mx/ojs/index.php/nano/article/view/60758/59369>

¹⁴³FLORES, Constanza. Nanopartículas de plata con potenciales aplicaciones en materiales implantables: síntesis, caracterización fisicoquímica y actividad bactericida [En línea]. Trabajo de Tesis Doctoral. La plata Argentina. Universidad Nacional de la Plata. Facultad de ciencias exactas, 2014. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/34946/Documento_completo.%20Flores%20-%20Area%20Qu%C3%ADmica.pdf?sequence=1

¹⁴⁴PANÁČEK, et al. Silver Colloid Nanoparticles: Synthesis, Characterization, and Their Antibacterial Activity, Revista The Journal of Physical Chemistry B, 2006, (110), 16248- 16253.

se cambió el diol por etilenglicol, debido a que según bibliografía, este es el que se realiza, la reducción^{145,146,147, 148, 149}

2.1.6 Curva de calibración con azul de metileno. Se realizó una curva de calibración, aplicando la ley de Lambert-Beer la cual relaciona absorbancia y concentración, con el fin de cuantificar la remoción de azul de metileno a lo largo de las pruebas realizadas, permitiendo identificar en un tiempo determinado el porcentaje o concentración de degradación; para dicho procedimiento es necesario el uso de un espectrofotómetro el cual es el encargado de realizar las medidas, para la cuantificación del porcentaje de reacción en un medio líquido¹⁵⁰.

Para este procedimiento fue necesario emplear una longitud de onda de 665nm, ya que el espectrofotómetro determinó este valor, según la figura 21, sin embargo cabe aclarar que este valor es el se encuentra establecido^{151, 152, 153}.

Esta prueba aplica para las películas de TiO₂ y de TiO₂/Ag; para ello se prepara una solución patrón de AM de 10 ppm, posteriormente se realizan diluciones de esta desde 1 ppm hasta 10 ppm determinando la absorbancia de cada solución a una longitud de onda determinada, teniendo que para el azul de metileno la longitud correspondiente es de 665 nm como se muestra en la figura 21, la cual

¹⁴⁵ MALDONADO, et. al. A novel strategy for the alignment of silver nanoparticles. Vol. 23, No.1, 2014, pp. 85 – 89.

¹⁴⁶ ROJAS LEMA, Sandra Paola, et al. Mejoramiento de la absorción de nanopartículas de plata en telas de algodón, utilizando un ligante. Revista Facultad de Ingeniería. 2017, pp. 26.

¹⁴⁷ MORALES, Jorge, et al. Síntesis y caracterización de nanopartículas de plata por la ruta sol-gel a partir de nitrato de plata. Revista de la Sociedad Química del Perú, 75(2), 177-184. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2009000200004&lng=es&tIng=es. ISSN 1810-634X.

¹⁴⁸ CABRERA, Julieta, et al. Efecto del 2-propanol en la síntesis de nanopartículas de plata mediante radiación gamma. Revista de la Sociedad Química del Perú, 74 (4) 2008 pp. 323-331.

¹⁴⁹ LEÓN-SILVA, Sein, et al. Silver Nanoparticles (AgNP) in the Environment: a Review of Potential Risks on Human and Environmental Health. Water, Air, & Soil Pollution. 227. 1-20. 10.1007/s11270-016-3022-9.

¹⁵⁰ BELTRÁN GONZÁLEZ, Tatiana carolina y RIVERA SÁNCHEZ, Cristian David. Op. cit p. 30.

¹⁵¹ SANNINO, Dimitri. et al. Mathematical modelling of photocatalytic degradation of methylene blue under visible light irradiation [En línea]. Revista Journal of Environmental Chemical Engineering, Volumen 1, Issues 1–2, 2013, pp. 56-60, [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jece.2013.03.003>.

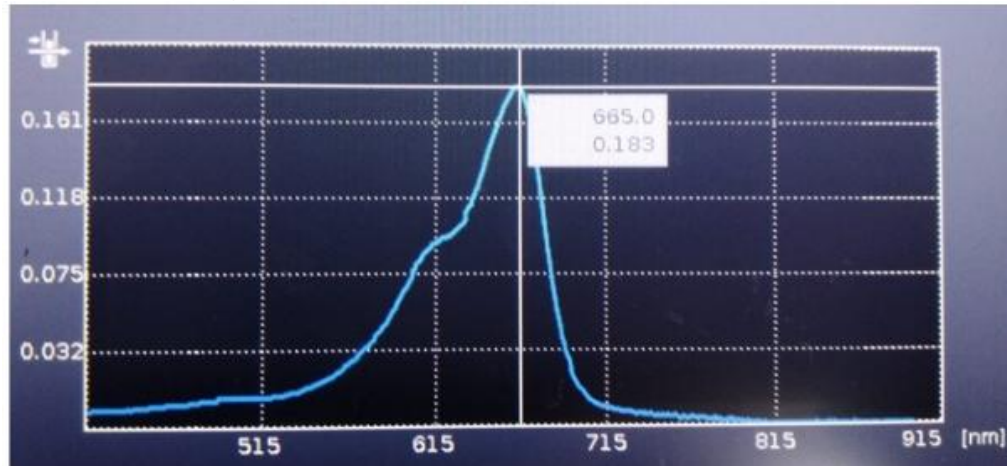
(<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2213343713000067>) ISSN 2213-3437.

¹⁵² BAICUE, Juan Sebastian. Degradación del azul de metileno y verde de malaquita por fotocatalisis heterogénea utilizando dióxido de titanio dopado con nitrógeno (N-TiO₂) bajo luz visible. Trabajo de grado para optar al título de Químico Industrial. Pereira. Universidad Tecnológica de Pereira. 2015.

¹⁵³ MARTÍNEZ HERNÁNDEZ, Alma. Degradación de azul de metileno y 4- clorofenol por fotocatalisis con luz ultravioleta, utilizando tio2 como catalizador [En línea]. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Estado de México. Instituto Tecnológico de Toluca. 2010, pp. 27.

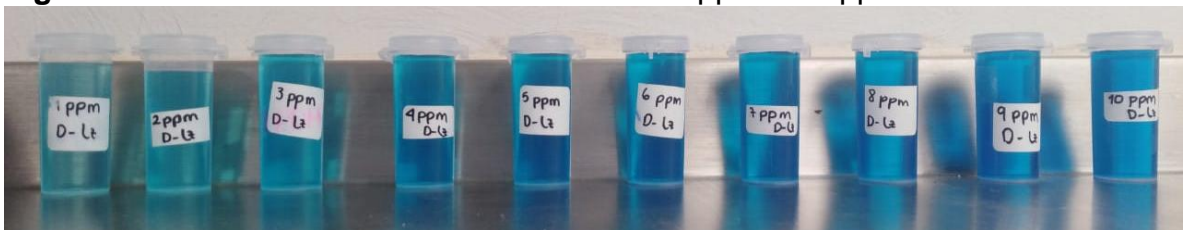
permite determinar la cantidad de AM removido con el uso de las películas de TiO_2 . En la ilustración 22, se muestra una imagen de las soluciones desde 1 ppm hasta 10 ppm.

Figura 22. Longitud de onda para el azul de metileno.



Fuente: elaboración propia.

Figura 23. Soluciones de Azul de Metileno se 1 ppm a 10 ppm.



Fuente: elaboración propia.

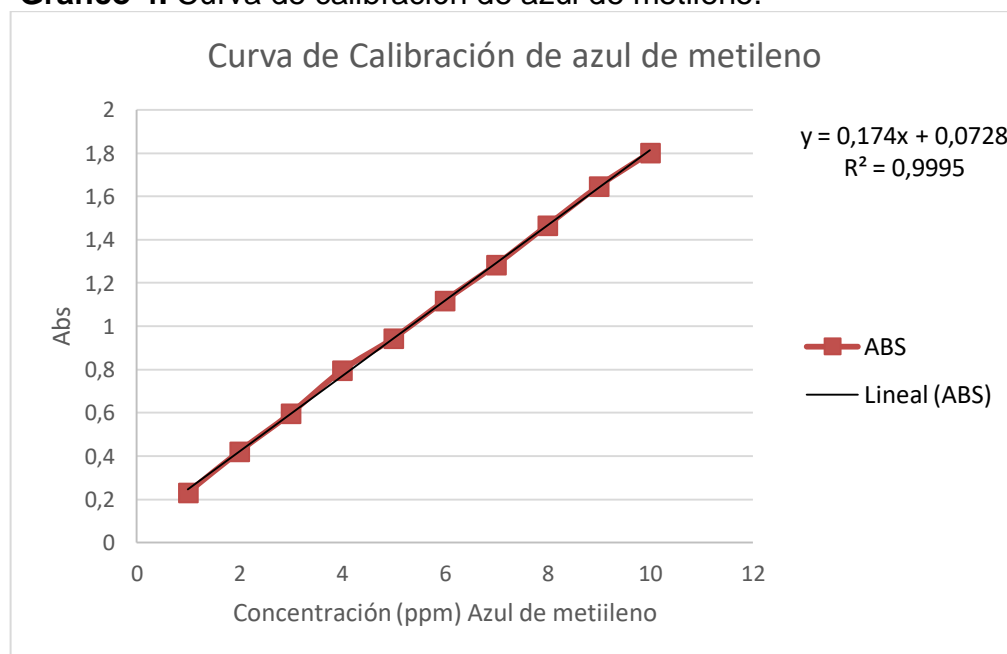
Se obtuvo la ecuación presente en el gráfico 4, evidenciando el comportamiento lineal de acuerdo con la ley de Lambert-Beer, ya que se obtuvo un $R^2 = 0,9995$, reafirmando que las soluciones de AM cumplen con la ley de Lambert-Beer, la cual establece la relación entre la luz absorbida y la concentración en un tiempo determinado.

Tabla 6. Datos para la construcción de la curva de calibración.

Concentración (ppm)	Absorbancia (Abs)
1	0.23
2	0.42
3	0.596
4	0.795
5	0.943
6	1.117
7	1.283
8	1.465
9	1.646
10	1.801

Fuente: elaboración propia.

Gráfico 4. Curva de calibración de azul de metileno.



Fuente: elaboración propia.

2.1.7 Prueba degradación de películas. Esta prueba se realizó por duplicado en donde se realizaron las degradaciones por medio de azul de metileno, las degradaciones fueron realizadas en un lapso de una hora, este duplicado se realizó con el fin de minimizar los errores, teniendo que el porcentaje de remoción puede ser hallado según la ecuación 5.

Ecuación 5. Porcentaje de remoción del azul de metileno.

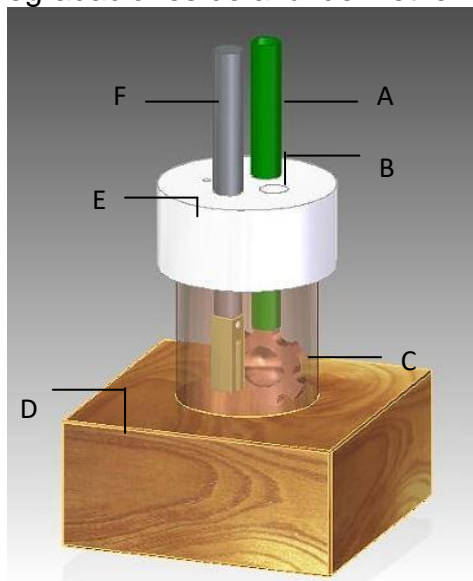
$$\% \text{ Remoción} = \frac{\text{Concentración inicial} - \text{Concentración final}}{\text{Concentración inicial}} \cdot 100$$

En este se evaluó la eficiencia del dióxido de titanio sin modificar, con el fin de cuantificar el porcentaje de degradación con el objetivo de minimizar los errores generados en las pruebas, y obtener un resultado confiable, por lo tanto, a partir de ello se realizó su respectiva comparación con las películas modificadas con nanopartículas de plata.

Esta degradación fue realizada con una longitud de onda de 665 nm, debido a que este es rango en el que absorbe el azul de metileno¹⁵⁴, además de que este valor fue registrado según el espectrómetro, ya que el pico según la imagen 21, se encuentra en 665nm.

Las degradaciones se llevaron a cabo por medio de un fotorreactor, el cual se encuentra ilustrado en la figura 23.

Figura 24. Fotorreactor para las degradaciones de azul de metileno.



Fuente: MANJARRES MARTÍNEZ, Jessica Daniela. Evaluación de la actividad fotocatalítica de la mezcla TiO₂/ZnO en la remoción de azul de metileno. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bogotá D.C. Modificado por el autor

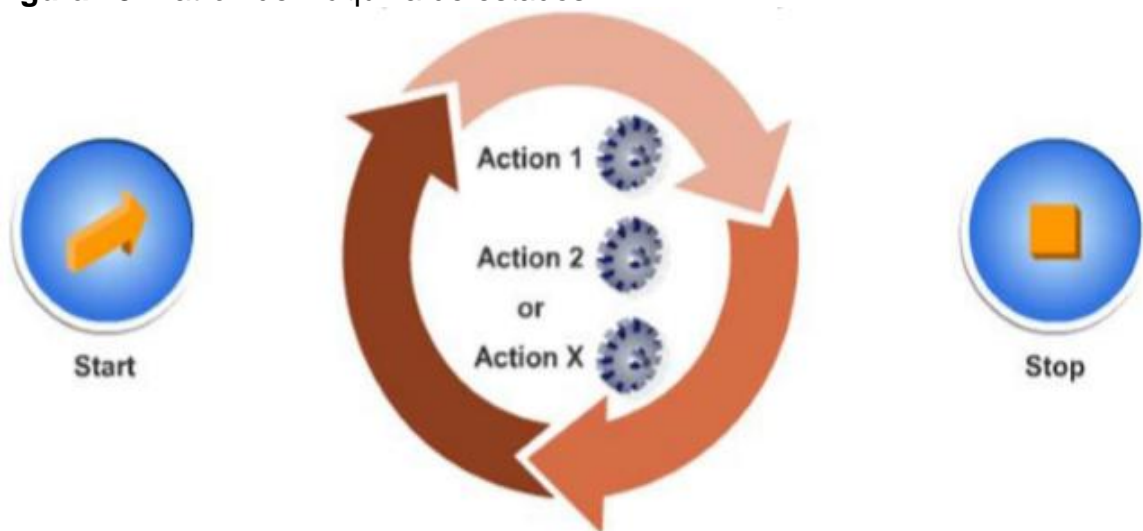
¹⁵⁴ Ibid. 27.

*A. Soporte de led. B. Orificio para la toma de muestra. C. Led. D. Base de madera. E. Orificio para suministrar aireación. F. porta-película

2.2 MONITOREO CON labVIEW

Para su funcionamiento fue necesario desarrollar un sistema de control, el cual está conformado por el software y el hardware¹⁵⁵ teniendo que el software es el programa desarrollado en la plataforma de labVIEW y el hardware es el equipo usado para el desarrollo del programa (computador); para ello se desarrollo un programa basado en la estructura de programación de máquina de estados la cual permite resolver problemas que la programación secuencial o los parámetros de control de flujo no pueden resolver¹⁵⁶, en la figura 24 se muestra el esquema empleado para la programación por maquina de estados el cual consiste en una serie de estados y una función de transición que corresponde al estado siguiente; cada estado puede llevar a uno o varios estados o finalizar el flujo del proceso; esto permite que no se desconfigure o se ocasionen errores por no seguir la secuencia del proceso; teniendo que si se realiza una alteración este proporciona una respuesta inmediata.

Figura 25. Patrón de máquina de estados.



Fuente: LabVIEW Core 2 Participant Guide, Course software Version 2014, 55p

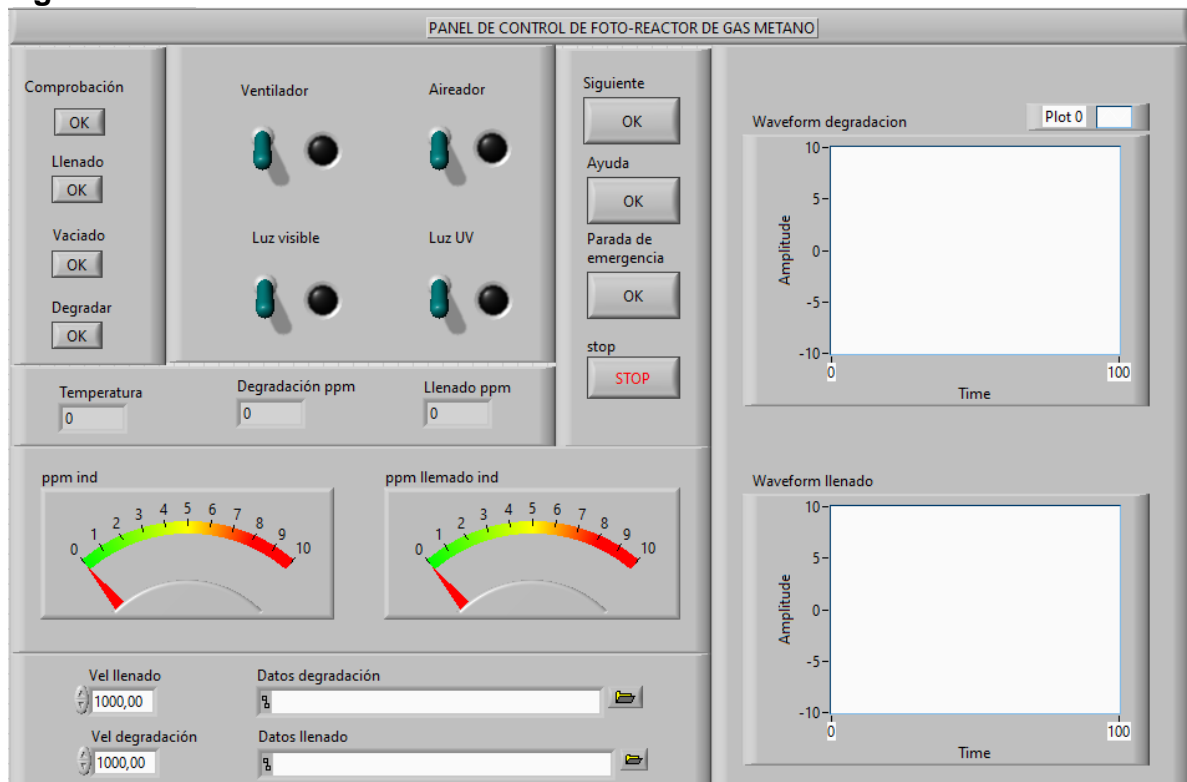
¹⁵⁵ BELTRÁN GONZÁLEZ, Tatiana carolina y RIVERA SÁNCHEZ, Cristian David. Op. cit p. 30.

¹⁵⁶ LabVIEW Core 2 Participant Guide, Course software Version 2014, 55p.

2.2.1 VIs (Instrumentos virtuales). Está compuesto por el panel frontal y el diagrama de bloques, los programas desarrollados en LabVIEW son llamados instrumentos virtuales.

2.2.1.1 Panel frontal y diagrama de bloques. El panel frontal es la interfaz del usuario¹⁵⁷ figura 25, la cual le permite interactuar cuando el programa se encuentra corriendo; actúa de una manera similar a la máquina de estados diseñada en el diagrama de bloques, debido a que por cada estado diferente, el panel frontal cambia su diseño debido a su configuración. El diagrama de bloques “contiene los iconos nodos, cables y estructuras”¹⁵⁸ en él se programan los algoritmos, los cuales son capaces de dar respuesta ante los requerimientos del usuario.

Figura 26. Panel frontal.



Fuente: elaboración propia.

¹⁵⁷ NATIONAL INSTRUMENTS. Fundamentos del Entorno de LabVIEW [En línea]. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <http://www.ni.com/getting-started/labview-basics/esa/environment#frontPanel>

¹⁵⁸ SARSOZA TAPIA, Cristian Raúl. Implementación de un prototipo para el monitoreo de las condiciones del ambiente de trabajo. Proyecto de trabajo de graduación modalidad TEMI Trabajo Estructurado de Manera Independiente, presentado previo a la obtención del título de Ingeniero Industrial en Procesos de Automatización. Universidad Técnica de Ambato. 2015.

2.2.2 Maquina de estados. Como ya se explico en la sección 2.2 la máquina de estados, es una estructura que proporciona gran versatilidad en el manejo de la programación, para el desarrollo del programa se implementaron 6 estados los cuales son los encargados del control en el reactor:

1. Inicialización.
2. Comprobación.
3. Llenado.
4. Degradación.
5. Vaciado.
6. Parada de emergencia.

Una vez el programa sea activado, tiene por defecto el estado de inicialización el cual permite seleccionar el estado al que desea ir, ya sea inicialización, comprobación, llenado, degradación, vaciado o parada de emergencia; sin embargo, en el panel frontal, se encuentra la opción de ayuda, la cual le dice en qué estado se encuentra, además le proporciona, las indicaciones a seguir.

Para realizar seguimiento satisfactorio del programa se recomienda seguir con el estado de comprobación, el cual permite poner en funcionamiento las luces visibles y UV, el ventilador y el aireador, esto con el fin de verificar el funcionamiento óptimo de estos; además de ello, también cuenta con botón de ayuda el cual le proporciona la información y le sugiere el paso a seguir, el cual es pulsar el botón siguiente, el cual lo remite al siguiente estado.

El siguiente estado es el estado de llenado, el cual es el encargado de llenar el reactor con el gas, para ello, es necesario abrir la válvula del gas, la cual es manual, una vez y esto se cumple, se empiezan a registrar los datos provenientes del aumento de la concentración del gas que se encuentra ingresando al reactor, estos datos son almacenados inmediatamente, en una hoja de Excel, en ella se reporta la fecha y hora en la cual los datos son obtenidos por medio del sensor, además también se reporta la temperatura a la cual está operando el reactor, una vez obtenida la concentración es necesario cerrar la válvula manualmente, además de ello, cuando la concentración es la adecuada, se enciende una luz en el panel frontal, la cual indica que el sistema ya se encuentra listo para realizar la degradación, una vez y esto ocurra, es necesario pulsar el botón siguiente, el cual le permite pasar al estado de degradación.

En el estado de degradación el usuario, es el que toma la decisión de encender el tipo de luces visibles o UV, el ventilador y el aireador, para que ocurra la reacción, se recomienda encender el aireador para suministrar el oxígeno en exceso, y

posterior a ello se encienden las luces y el ventilador; una vez, la concentración en el reactor se estabilice después de la degradación, se pulsa el siguiente botón para realizar el vaciado.

En el estado de vaciado, es necesario abrir la válvula de escape, la cual permite la expulsión del gas, una vez, la concentración del gas haya disminuido significativamente, se encenderá una luz en el panel frontal, la cual indica que el reactor se encuentra libre de gas, además de ello para su vaciado, se hará uso del ventilador y el aireador, los cuales permitirán la expulsión del gas en el reactor, el aireador realizará una purga con oxígeno.

El estado parada de emergencia se activa cuando se activa el sensor de metano, presente afuera del reactor, el cual es el encargado de determinar las fugas de gas o cuando se activa el botón de emergencia, el cual se encuentra presente en cada estado, en este el usuario puede realizar manualmente la parada de emergencia si este lo desea.

El cuadro 3 proporciona información de los sistemas y sensores que se encuentran activados o desactivados en cada estado.

Cuadro 3. Estados de activación y desactivación.

	Estados					
	1	2	3	4	5	6
Sensor análogo de metano (MQ-4)	X	X	OK	OK	OK	X
Sensor digital de metano (MQ-4)	OK	OK	OK	OK	OK	OK
Sensor análogo de temperatura (LM35)	X	X	OK	OK	OK	X
Sistema de iluminación	X	OK	X	OK	X	X
Sistema de aireación	X	OK	X	OK	OK	X
Sistema de ventilación	X	OK	X	OK	OK	X
Válvula de admisión	X	X		X	X	X
Válvula de vaciado	X	X	X	X	OK	X

Fuente: elaboración propia.

*X: Desactivado. OK: Activado.

2.2.3 Sistema de adquisición de datos. La adquisición de datos se realiza por medio de la tarjeta MyDAQ, la cual permite realizar el seguimiento del proceso en

tiempo real, además durante el desarrollo del proceso permite observar los resultados en la pantalla del ordenador¹⁵⁹, este dispositivo cuenta con 2 canales de entradas y salidas analógicas y 8 canales de entradas y salidas digitales, en el cuadro 4 se especifica la posición de cada dispositivo conectado a la MyDAQ.

2.2.3.1 Sensores y transductores. “Un sensor es un elemento que produce una señal relacionada con la cantidad que se está midiendo”¹⁶⁰ mientras que un transductor es “un el elemento que al someterlo a un cambio físico experimenta un cambio relacionado”¹⁶¹ por lo tanto se tiene que los sensores son transductores.

2.2.3.1.1 Sensor de metano. El sensor de gas de metano (MQ-4), es utilizado para la detección de metano y gas natural; teniendo que en la composición del gas natural el mayor componente presente es el metano con un porcentaje de composición del 81.86%¹⁶² en volumen; para su mayor eficiencia es necesario evitar la exposición a vapores humos y alcohol¹⁶³.

El sensor MQ-4 utilizado en este proyecto, detecta concentraciones desde 300 ppm hasta 10,000 ppm; según el proveedor y las especificaciones suministradas en el datasheet (ver anexo 1); este sensor cuenta con una alta sensibilidad y un tiempo de respuesta rápido¹⁶⁴. Cuenta con un canal análogo y uno digital; teniendo que por el canal digital es posible evidenciar la presencia de gas o no, mientras que al realizar la lectura por el canal análogo es posible determinar la concentración del gas presente.

“Trabaja por medio del semiconductor SnO₂ que aumenta su conductividad eléctrica en presencia de metano (gas natural), ya que el óxido del metal hace que el gas se disocie en iones cargados, lo que resulta en una transferencia de electrones, lo cual aumenta la conductividad eléctrica”¹⁶⁵, proporcionando un aumento o disminución en la lectura de la concentración del gas.

¹⁵⁹ RAMIREZ LAPAUSA, Pablo. Sistema portátil de medida de dispositivos sometidos a ensayos en campo. Proyecto de fin de carrera. Universidad Politécnica de Madrid. Madrid, 2014.

¹⁶⁰ BOLTON, William. "Sensores y Transductores" en Mecatrónica Sistemas de Control Electrónico en Ingeniería Mecánica y Eléctrica [En línea]. Alfaomega, 2013, pp. 31. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en:

https://www.academia.edu/39131931/Mecatr%C3%B3nica_Sistemas_de_control_electr%C3%B3nico_co_en_la_ingenier%C3%ADa_mec%C3%A1nica_y_el%C3%A9ctrica_5ta_Edici%C3%B3n

¹⁶¹ Ibid. Pp.31

¹⁶² GRUPOVANTI. Composición típica del gas natural. Disponible en: <https://www.grupovanti.com/co/inicio/hogar/el+gas+natural/1297102453941/que+es.html>

¹⁶³ MACTRONICA. Sensor Mq4 Metano Y Gas Natural [En línea]. consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.mactronica.com.co/sensor-mq4-metano-gas-natural-67622012xJM>

¹⁶⁴ Ibid.,.

¹⁶⁵ PIRAZAN MESA, Op. cit pp. 36

2.2.3.1.2 Sensor LM35. Este es un sensor que no necesita calibración, el cual trabaja en el rango de temperatura de (-55°C – 150°C), teniendo que por cada grado Celsius hay un aumento en 10 Mv, este sensor es una termocupla, ya que en su interior cuenta con la presencia de dos metales, los cuales generan una diferencia de tensión, proporcional a la diferencia de temperatura entre la unión caliente y la unión fría, produciendo un efecto Seebek (figura 26)¹⁶⁶ cuenta con un único canal análogo por lo tanto a partir de ello, es posible determinar la temperatura¹⁶⁷.

Figura 27. Termocupla o termopar, efecto Seebek.



Fuente: URRUTIA, Wilmar. Variable de proceso: Nivel [Diapositivas] [En línea] [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://es.calameo.com/read/004920658a392efb67342>

2.2.3.1.3 Iluminación. El montaje se efectuó por medio de led's de alta potencia de 3 W, se realizó un arreglo de 4 led's en paralelo, lo cual garantizaba un voltaje igual distribuido para cada led, mientras que la corriente se repartía en los cuatro led's, se realizaron dos arreglos, uno con luz visible y otro con luz ultravioleta.

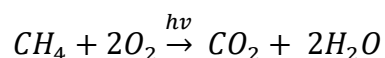
2.2.3.1.4 Aireación. Se implementó un aireador el cual era el encargado del suministro de oxígeno en exceso para la ocurrencia de la reacción.

¹⁶⁶ URRUTIA, Wilmar. Variable de proceso: Nivel [Diapositivas] [En línea] [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://es.calameo.com/read/004920658a392efb67342>

¹⁶⁷ NATIONAL SEMICONDUCTOR. LM35 Precision Centigrade Temperature Sensors [En línea]. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.electroschematics.com/wp-content/uploads/2010/02/LM35-DATASHEET.pdf>

Según bibliografía películas modificadas con plata presentan una actividad extremadamente alta en la foto-oxidación de metano a dióxido de carbono como producto principal; teniendo como resultado la siguiente reacción^{168, 169}.

Ecuación 6. Reacción química de la remoción de metano.



2.2.3.1.5 Ventilación. La implementación de un ventilador en el fotorreactor es necesaria debido a que proporciona una mayor distribución del gas, lo cual facilita, que el sensor adquiera datos confiables, ya que el gas natural es más ligero que el aire, por lo tanto si no hay ventilación, el gas natural y el aire se encontrarían uno arriba y otro abajo respectivamente por su densidad por tanto los valores adquiridos por el sensor no serían confiables teniendo así que el ventilador proporciona distribución uniforme en el foto-reactor. Como se observa en el cuadro 4, se encuentran especificados los canales de conexión para cada dispositivo, esto con el fin de representar el diagrama de conexiones presentes en la figura 27.

Cuadro 4. Posición de canales de adquisición y generación de señales.

Elemento	Color	# en relé	Canal	Entrada/Salida
5V		N/A	5V	Salida
GND		N/A	GND	Salida
Sensor de metano		N/A	Análogo 0	Entrada
Sensor de metano		N/A	Digital 1	Salida
Sensor de temperatura		N/A	Análogo 1	Entrada
Sistema de iluminación UV		1	Digital 2	Salida
Sistema de iluminación visible		2	Digital 3	Salida
Sistema de ventilación		3	Digital 4	Salida
Sistema de aireación		4	Digital 5	Salida

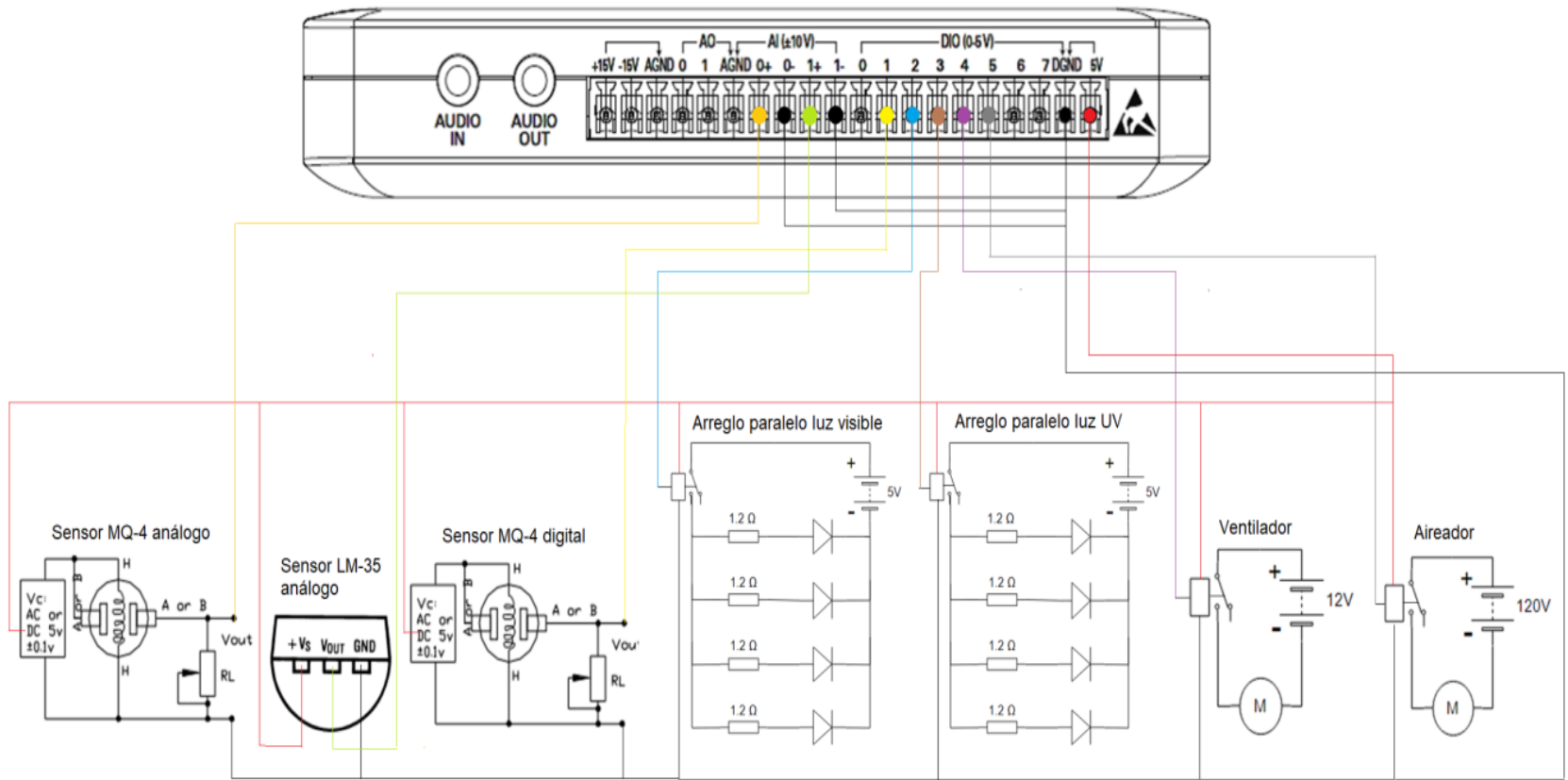
Fuente: elaboración propia.

¹⁶⁸XUXING CHEN, et al. Photocatalytic oxidation of methane over silver decorated zinc oxide nanocatalysts [En línea]. Revista Nature communications 7, 12273 (2016) doi:10.1038/ncomms12273 [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.nature.com/articles/ncomms12273?origin=ppub>

¹⁶⁸MALDONADO, et. al. A novel strategy for the alignment of silver nanoparticles. Vol. 23, No.1, 2014, pp. 85 – 89.

¹⁶⁹YU, X., WAELE, V., LÖFBERG, A. et al. Selective photocatalytic conversion of methane into carbon monoxide over zinc-heteropolyacid-titania nanocomposites. Revista Nature Communications10, 700 (2019) doi:10.1038/s41467-019-08525-2 [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.nature.com/articles/s41467-019-08525-2>

Figura 287. Diagrama de conexiones.



Fuente: elaboración propia.

2.3 DEGRADACIÓN DE METANO (CH₄) EN EL FOTO-REACTOR

Se realizó la degradación de gas natural por medio de un fotorreactor, en el cual se implementó: ventilador, aireador, iluminación externa (Vis-UV) y el sensor MQ-4, el cual mide el porcentaje de remoción del gas; para la admisión del gas fue necesario implementar una válvula de tipo bola; así mismo para la expulsión del gas.

2.3.1 Adecuación del foto-reactor. Para su desarrollo fue necesario realizar un control de fugas, para ello el reactor, fue sometido a pruebas que permitían determinar su hermeticidad, por lo tanto a partir del sensor de metano se monitoreo la concentración, teniendo que en un lapso de tiempo la concentración debía continuar constante.

2.3.2 Disposición de dispositivo fotocatalítico. Para ello se dispusieron 4 películas de TiO₂ modificado y sin modificar según la corrida a realizar, esto debido a la cantidad de gas a degradar, para ello se tomó la decisión de degradar de 800-1000 ppm de gas natural, ya que a una mayor concentración es necesario aumentar la dimensión del catalizador, para aumentar el área de contacto.

2.3.3 Ubicación de los elementos. Se tomó la decisión de sacar las luces del fotorreactor, debido a que su presencia interna podría ocasionar un corto y como resultado una explosión por la presencia del gas, ya que cualquier movimiento u desprendimiento podría ser fatal, el catalizador se ubicó de tal manera que quedara completamente perpendicular a las luces, el ventilador en una pared del fotorreactor debido a que debe mantener uniformidad.

Las dimensiones con las que cuenta el fotorreactor son las siguientes:

Tabla 7. Dimensiones del fotorreactor.

Dimensión	Medida (cm)
Alto	14.5
Ancho	19
Profundidad	13.5

Fuente: elaboración propia.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 ELABORACIÓN DE PELÍCULAS

La elaboración de las películas se realizó por dos métodos diferentes, para determinar la influencia del proceso en los resultados de degradación, para ello se desarrollaron los métodos de Spin Coating y Doctor Blade, teniendo que según los resultados obtenidos mostrados en el gráfico 5, los dos métodos proporcionan resultados similares en las degradaciones, sin embargo los resultados obtenidos por el método Doctor Blade fueron mejores tanto que también se logró superar el porcentaje de degradación a las películas obtenidas por el método de spin coating^{170,171,172}.

3.1.1 Películas TiO₂ obtenidas. Las técnicas de Spin Coating y Dip Coating permitieron obtener películas uniformes, las cuales presentaron cobertura homogénea según los métodos aplicados; sin embargo es necesario tener en cuenta que en el método de Doctor Blade, es necesario que la suspensión quede completamente adherida al sustrato (vidrio) además de homogénea, ya que la capa de TiO₂ puede levantarse del vidrio cuando este en el proceso de calcinación; así mismo para el método de spin coating es necesario retirar la película del spin coating cuando la suspensión quede con una capa completamente uniforme sobre el sustrato como lo indica la figura 28.

Figura 29. Películas obtenidas por los métodos Spin Coating y doctor Blade.



Fuente: elaboración propia

¹⁷⁰ MANJARRES MARTÍNEZ, Daniela. Op. cit p. 55.

¹⁷¹ POVEDA VARGAS, Paola Giselle. Op. cit p. 50.

¹⁷² BOHÓRQUEZ BONILLA, Emily Dayana Op. cit p. 49.

3.1.2 Proceso de calcinación. Una vez obtenidas las películas de TiO_2 por los dos métodos anteriormente mencionados se procedió a calentar las películas de TiO_2 , los parámetros que se variaron en el método de Dip Coating fueron las temperaturas de calcinación, para determinar su influencia en el proceso de degradación, sin embargo en la sección 3.1.3, se puede observar que la temperatura no influye de una manera significativa en el proceso de degradación, en la siguiente figura se puede observar el desprendimiento de las películas si la capa no queda completamente homogénea, cabe resaltar que para el desarrollo del proceso de Doctor Blade, la aplicación de la suspensión en el sustrato depende de la persona que lo esté realizando.

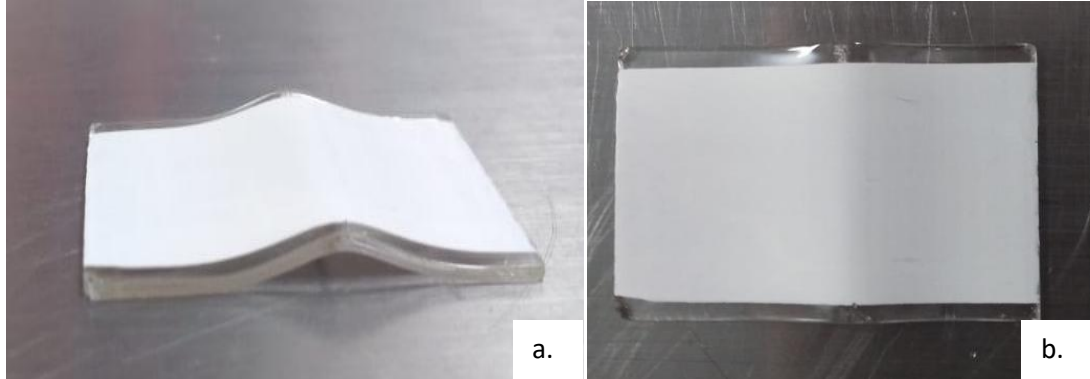
Figura 30. Películas obtenidas por el método Spin Coating.



Fuente: elaboración propia.

Como resultado para las películas calcinadas a 700°C , se encontró que debido a la temperatura de calcinación, los vidrios se deformaban, como se puede observar en la figura 30, esto puede traer problemas en el proceso de degradación debido a que en algunos se presentaron fracturas, y al sumergir las películas en el contaminante (azul de metileno), la suspensión se desprendía de los vidrios, por lo tanto se tomó la decisión de trabajar con las películas calcinadas a 650°C , sin embargo al calentar a 700°C se tiene que la suspensión se adhiere aún más al sustrato de vidrio.

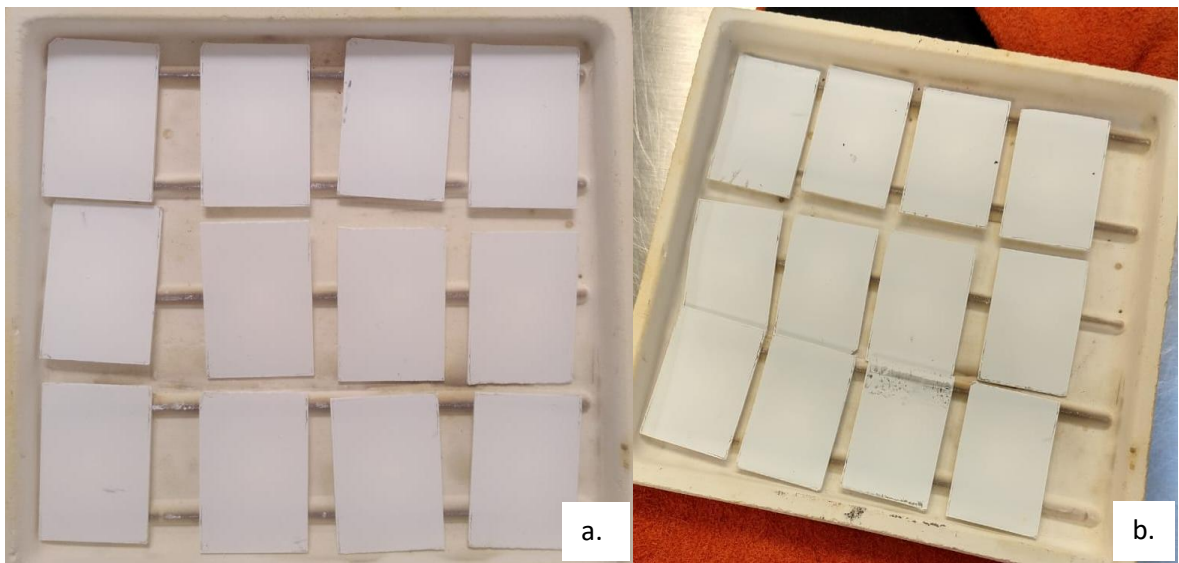
Figura 31. Películas calcinadas a 700 °C.



Fuente: elaboración propia.

*a. Películas después de calcinarse a 700°C vista lateral. b. Películas después de calcinarse a 700°C vista frontal.

Figura 32. Películas de TiO₂ depositadas por Spin Coating calcinadas a 650°C.

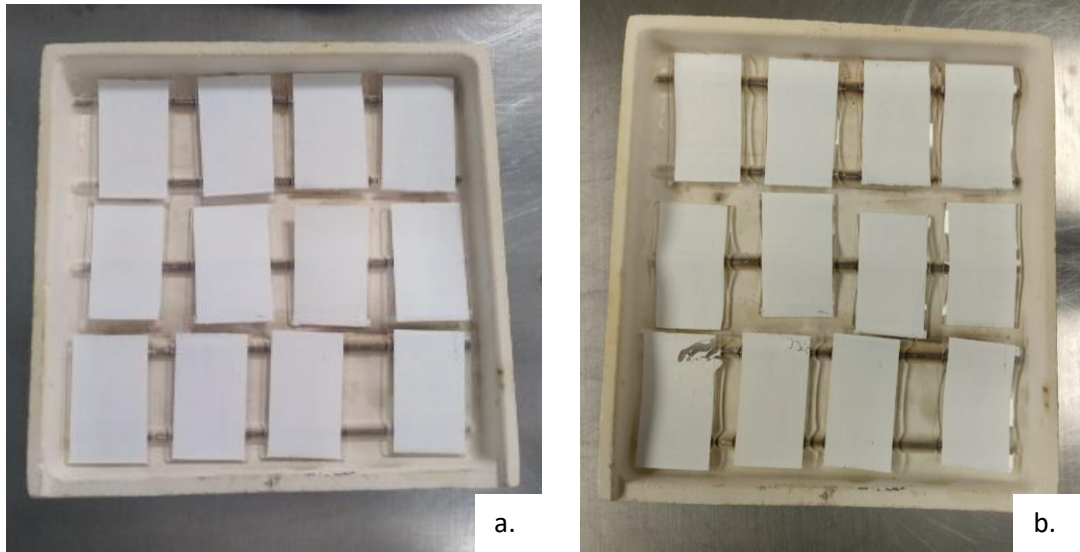


Fuente: elaboración propia.

*a. Películas antes de calcinar. b. Películas después de calcinar.

Además de ello las películas obtenidas a 700°C (figura 30) sufrieron deformación lo que ocasionaba desprendimiento en el punto de inflexión, sin embargo, presentaron mayor adherencia.

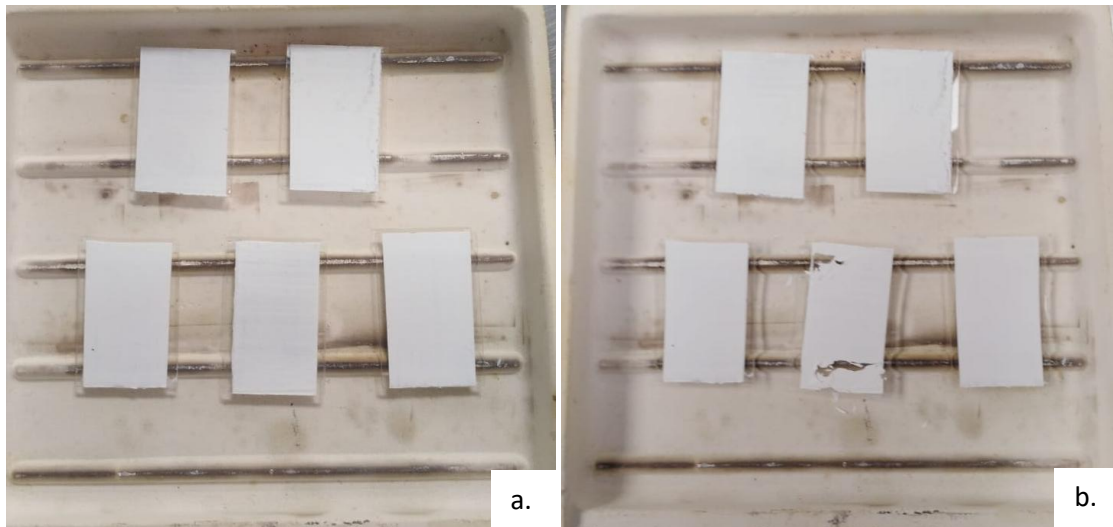
Figura 33. Películas de TiO_2 depositadas por Spin Coating calcinadas a 700°C



Fuente: elaboración propia.

* a. Películas antes de calcinar. b. Películas después de calcinar

Figura 34. Películas de TiO_2 depositadas por Doctor Blade calcinadas a 650°C



Fuente: elaboración propia.

* a. Películas antes de calcinar. b. Películas después de calcinar

Para la selección de la temperatura óptima de calcinación, fue necesario realizar pruebas de adherencia y foto-degradación, así mismo es necesario tener en cuenta la temperatura de fusión del soporte de la suspensión, teniendo que a 700°C se obtuvo mejor adherencia, sin embargo a esta temperatura el vidrio sufría deformaciones, por lo tanto para las películas depositadas por el método de

Doctor Blade la temperatura empleada para el proceso de calcinación fue de 650°C, según los resultados obtenidos en bibliografía¹⁷³; en la imagen 33 se pueden apreciar las películas depositadas por el método de Doctor Blade calcinadas a 650°C.

3.1.3 proceso de degradación. Se degradaron las películas obtenidas por spin coating y Doctor Blade alcanzando los resultados presentes en el grafico 5; para verificar que los resultados fueran reproducibles, las degradaciones se realizaron por duplicado, obteniendo los resultados presentes en la tabla 8.

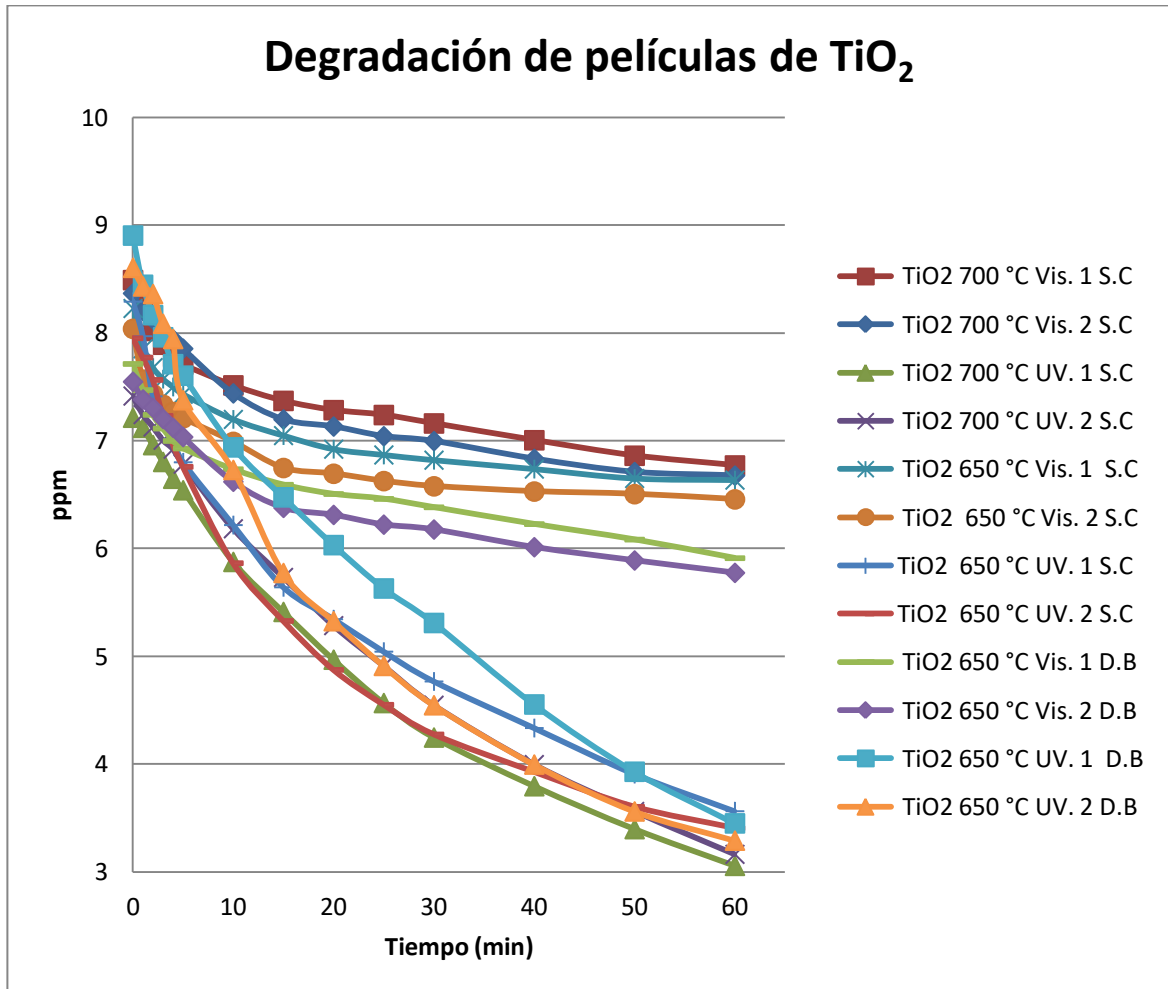
Tabla 8. Porcentajes obtenidos para la degradación de películas obtenidas por los métodos spin coating y Doctor Blade.

Película	% Degradación	% Error
TiO ₂ 700 °C Vis. 1 S.C	20,2552	0,2236
TiO ₂ 700 °C Vis. 2 S.C	20,2099	
TiO ₂ 700 °C UV. 1 S.C	57,6354	0,5033
TiO ₂ 700 °C UV. 2 S.C	57,3452	
TiO ₂ 650 °C Vis. 1 S.C	19,3498	1,7308
TiO ₂ 650 °C Vis. 2 S.C	19,6848	
TiO ₂ 650 °C UV. 1 S.C	57,0224	0,2507
TiO ₂ 650 °C UV. 2 S.C	57,1654	
TiO ₂ 650 °C Vis. 1 D.B	23,3627	0,5591
TiO ₂ 650 °C Vis. 2 D.B	23,4934	
TiO ₂ 650 °C UV. 1 D.B	61,2501	0,8358
TiO ₂ 650 °C UV. 2 D.B	61,7621	

Fuente: elaboración propia

¹⁷³ Ibid,

Gráfico 5. Degradación de películas obtenidas por los métodos spin coating y Doctor Blade.



Fuente. elaboración propia

Según los resultados obtenidos presentes en la tabla 8, se tiene que la influencia en la temperatura de calcinación de 700°C no aporta resultados significativos comparados con el proceso de calcinación obtenido a los 650 ° C; sin embargo las películas sintetizadas por el método Doctor Blade fueron evaluadas bajo temperatura de 650°C esto debido a la poca influencia de la temperatura evaluada en el método Sping Coating; obteniendo mejores resultados debido a la formulación suministrada en la tabla 4.

3.1.4 Pruebas de adherencia películas sin modificar. Finalizados los procesos de degradación, las películas se sumergieron en agua y esta se agito, una vez realizado este proceso las películas no sufrieron desprendimiento alguno de la suspensión depositada.

Figura 35. Prueba de adherencia en agua de películas de TiO₂.



Fuente: elaboración propia.

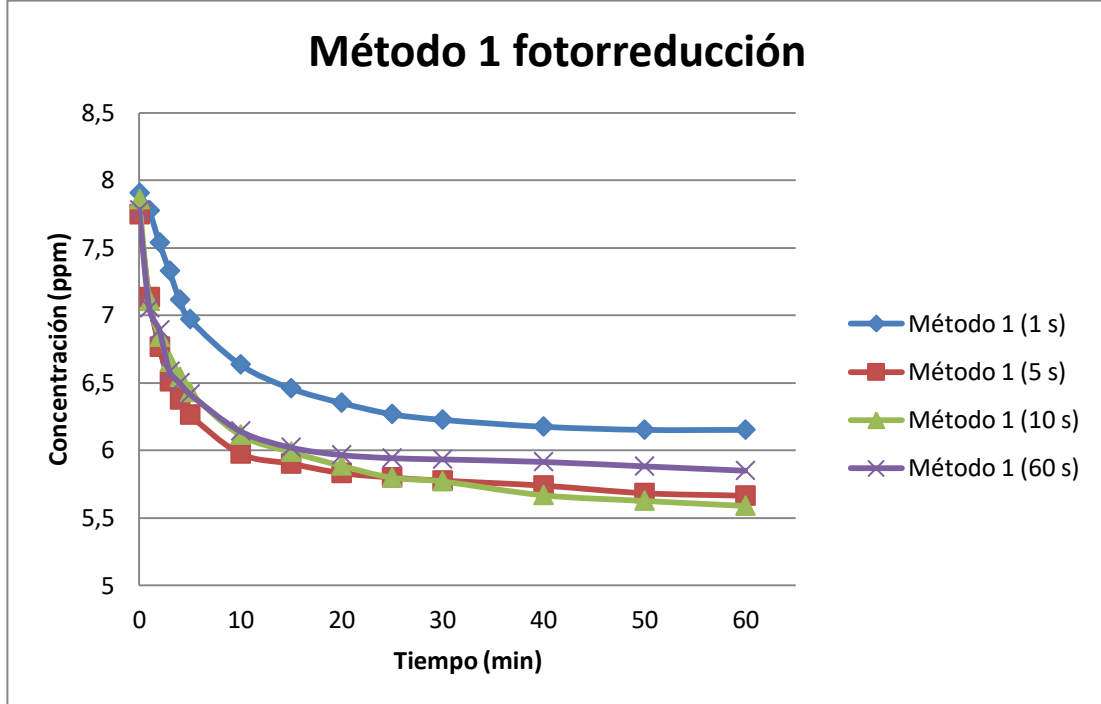
3.1.5 Modificación de películas con NP's Ag. Como se mencionó en la sección 2.1.4 se evaluaron 4 métodos distintos para la obtención de nanoparticulas de plata, los resultados son mostrados en los gráficos 6,7,8 y 9; los porcentajes de degradación se pueden observar en la tabla 9; teniendo en cuenta que las degradaciones realizadas se hicieron bajo luz visible.

Tabla 9. Porcentajes de degradación por los diferentes métodos de obtención de NP's Ag.

Método	Tiempo (s)			
	1	5	10	60
Método 1	22,18%	26,89%	28,87%	24,80%
Método 2	25,94%	27,29%	24,00%	23,33%
Método 3	34,32%	38,31%	30,54%	26,08%
Método 4	75,08%	61,93%	54,06%	45,05%

Fuente: elaboración propia

Gráfico 6. Degradación de películas por el método de fotorreducción.



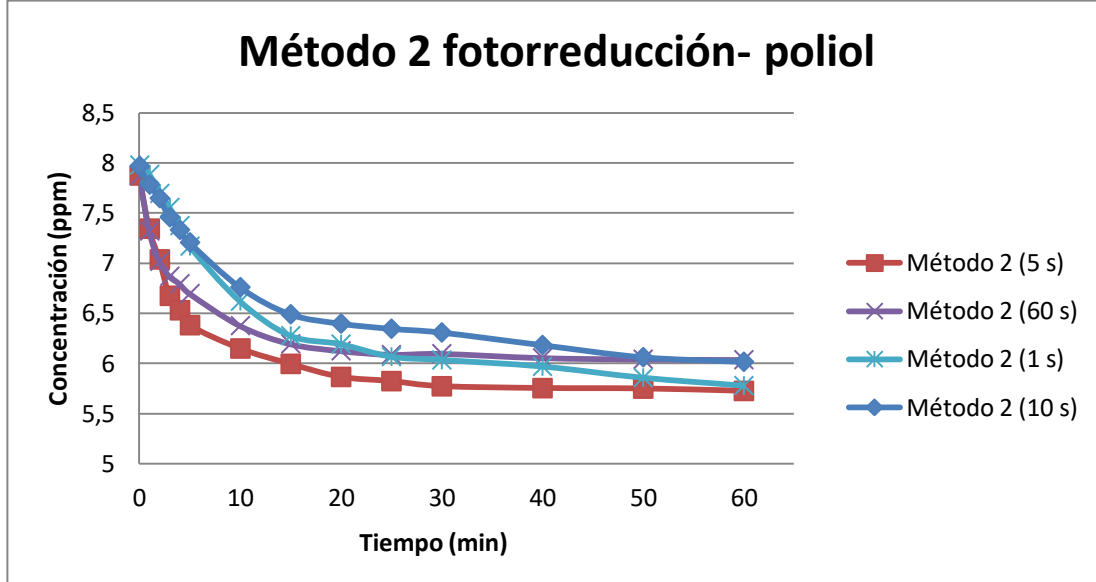
Fuente: elaboración propia.

El método de fotorreducción mostro resultados prometedores para el tiempo de 10 segundos, con un porcentaje de degradación del 28,87%, sin embargo para el tiempo 60 segundos su porcentaje de degradación disminuyo 4,07%, con respecto al porcentaje de degradación del tiempo de inmersión de 10 segundos, para su análisis en la disminución del porcentaje de degradación se realizó revisión bibliográfica^{174,175}, y a partir de ello se determinó que la concentración de las partículas de plata podría influir en el porcentaje de degradación, por lo tanto a mayor tiempo de inmersión, menor porcentaje de degradación, esto debido a que las nanopartículas tienden a aglomerarse, lo que es causal de la disminución del área superficial, la cual tiene un efecto importante ya que cuando menor es el tamaño de partícula mayor es el área superficial, por lo tanto a mayor área superficial mayor sitios activos los cuales permiten la degradación del contaminante.

¹⁷⁴ G. SANZONE, M, et al. Ag/TiO₂ nanocomposite for visible light-driven photocatalysis. Revista Superlattices and Microstructures, 2018, Volume 123, pp. 394-402, ISSN 0749-6036. <https://doi.org/10.1016/j.spmi.2018.09.028>. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749603618314423>

¹⁷⁵

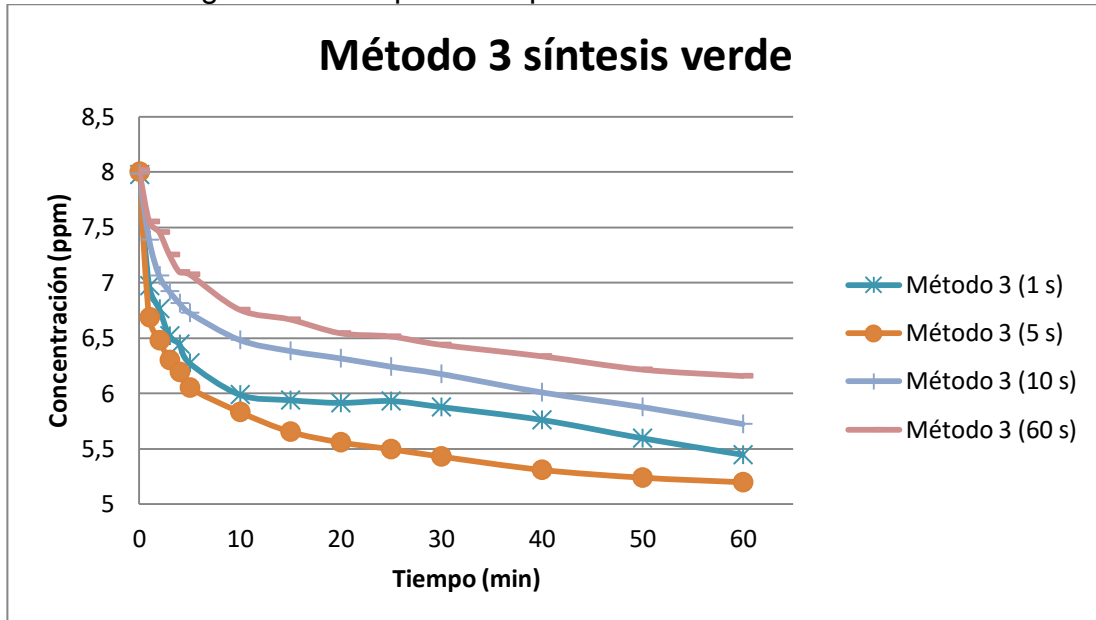
Gráfico 7. Degradación de películas por el método de fotorreducción- polioliol.



Fuente: elaboración propia

El método de fotorreducción-polioliol se realizó por medio de metanol, el cual trabaja como agente reductor de los iones de plata, permitiendo la obtención de dispersiones coloidales de plata Ag^+ , en donde ocurre la estabilización de las nanoparticulas de plata; teniendo que el mejor tiempo de inmersión para la degradación fue a los 5 segundos con un porcentaje de degradación del 27,29%.

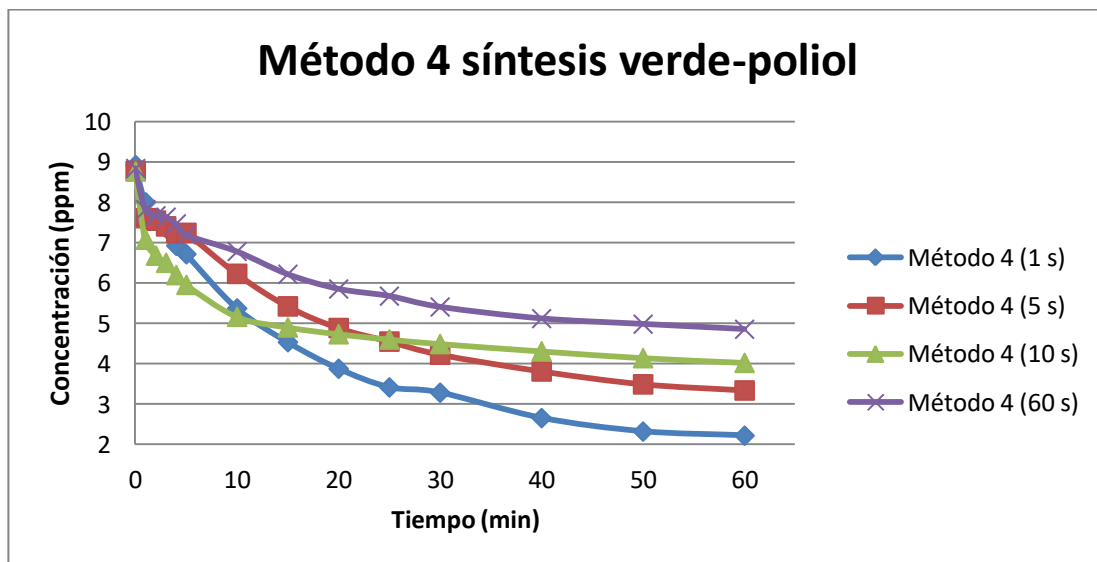
Gráfico 8. Degradación de películas por el método de síntesis verde.



Fuente: elaboración propia

Para el desarrollo de síntesis verde, el mejor porcentaje de degradación fue de 38,31% con un tiempo de inmersión de 5 segundos, en comparación con los métodos, 1 y 2 este tuvo un aumento en el porcentaje de degradación del azul de metileno en 9,44%, sin embargo el porcentaje mejor porcentaje de degradación de este método no sobrepasaba el porcentaje de degradación de las películas irradiadas por luz UV, por lo tanto se procedió a evaluar otro método para determinar si se podría aumentar la capacidad de respuesta de las películas modificadas con las nanopartículas de plata; la implementación de la miel, es debido a que evita que las nanopartículas se aglomeren debido a que la miel no es capaz de compensar las cargas de la superficie de las nanopartículas, por lo tanto impide que ellas se aglomeren.

Gráfico 9. Degradación de películas por el método de síntesis verde-poliol.



Fuente: Elaboración propia

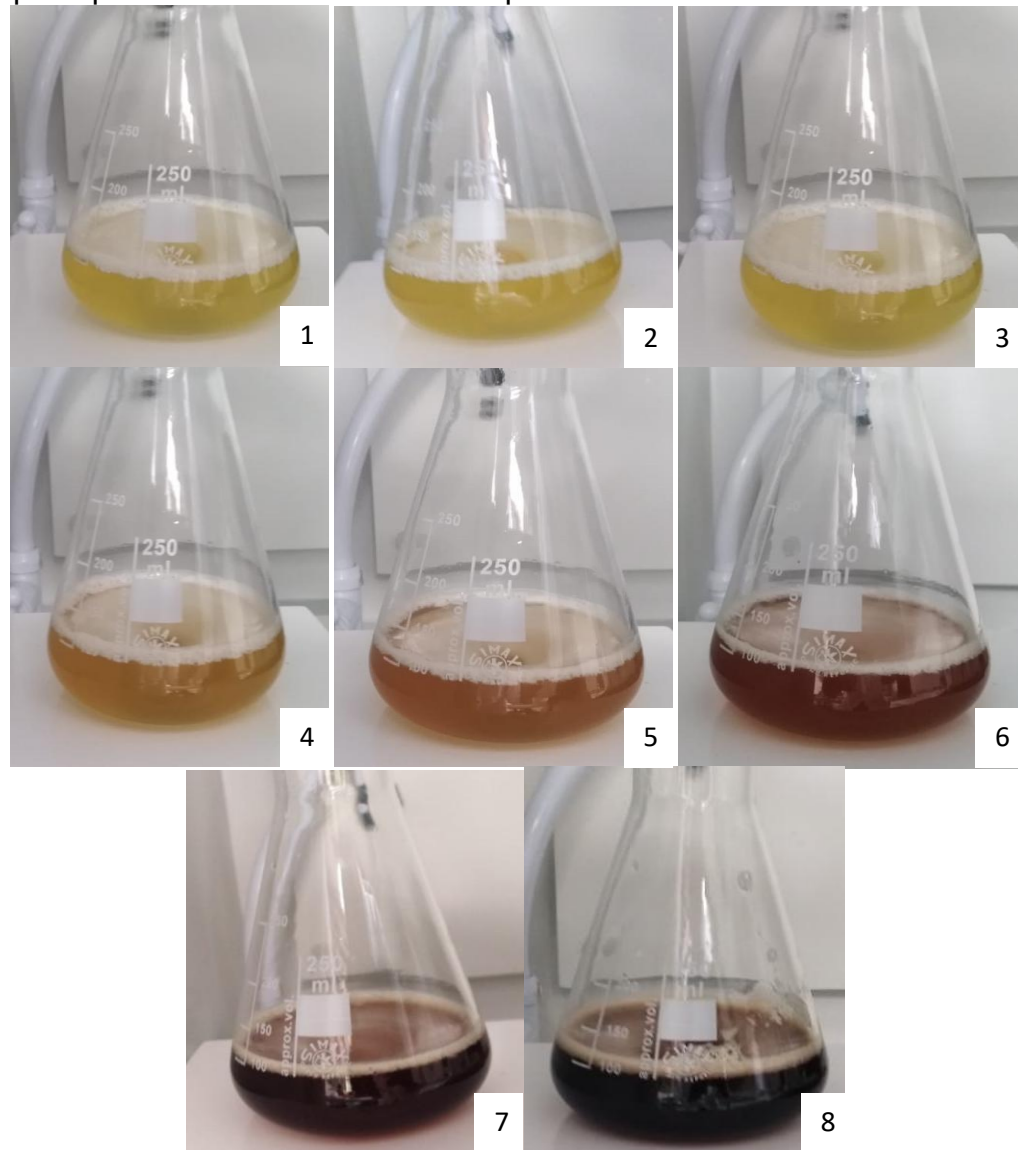
Según bibliografía, a partir del método poliol es posible obtener nanopartículas de plata, sin embargo según los resultados obtenidos en el método 2, los porcentajes de degradación no eran muy altos, mientras que en el método 3 si se obtuvieron mejores resultados con respecto al método 2, por tanto se decidió hacer una modificación de los métodos poliol y síntesis verde obteniendo el método 4 síntesis verde-poliol, sin embargo el agente reductor fue cambiado de metanol a polietilenglicol según referencias bibliográficas^{176, 177, 178, 179}, teniendo que este agente es apropiado para el método.

¹⁷⁶ CABRERA, Julieta, et al. Op cit.

¹⁷⁷ RENGIFO MARAVI, Joel Claudio. Op cit.

El mejor porcentaje de degradación en el método síntesis verde-poliol fue de 75,08%, superando en casi un 20% las degradaciones con películas sin modificar de TiO_2 irradiadas bajo luz UV, recalando que estas degradaciones fueron realizadas bajo luz visible, en la figura 35, se puede evidenciar la variación del color en la disolución que contiene las nanoparticulas de plata, esta evolución es debida a la reducción de los iones de plata.

Figura 36. Evolución del color de las disoluciones de nanoparticulas de plata por el método síntesis verde-poliol.



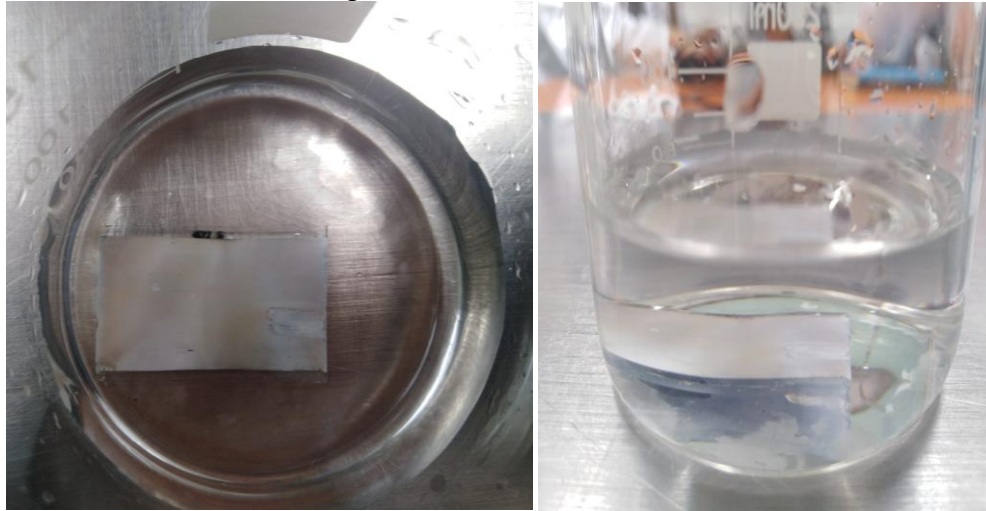
Fuente. elaboración propia.

¹⁷⁸ YAN WANG, et al. Op cit.

¹⁷⁹ RUIZ DE LARRAMENDI, Idoia. Op cit.

3.1.6 Pruebas de adherencia películas modificadas. Finalizados los procesos de degradación, las películas se sumergieron en agua y esta se agito, una vez realizado este proceso las películas no sufrieron desprendimiento alguno de la suspensión depositada, como se puede observar en la figura 36.

Figura 37. Prueba de adherencia en agua de películas de TiO_2 modificadas con NP's Ag.



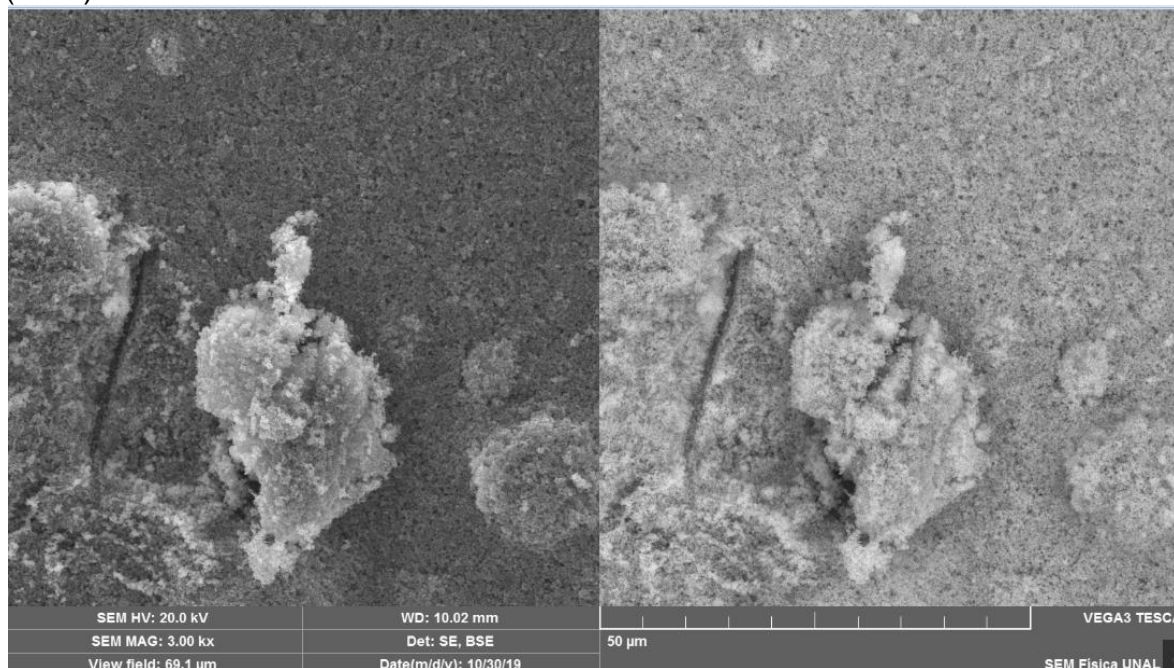
Fuente: elaboración propia.

3.2 CARACTERIZACIONES

Las muestras fueron caracterizadas por SEM-EDX Y DRX, estos análisis fueron realizados con el fin de determinar el tamaño de partícula obtenido en los procesos de síntesis de nanopartículas de plata, además de ello para descartar posible contaminación en la muestra; en dado caso que las películas no cumplieran su función de remoción.

3.2.1 Caracterización por SEM películas de TiO_2 sin modificar. La caracterización morfológica se realizó con un microscopio electrónico de barrido, la potencia usada fue de 20 Kv; en la figura 37 es posible observar una aglomeración de TiO_2 la cual tiene un tamaño aproximado de 25 μm de diámetro, esto se debe a que la suspensión empleada en la síntesis de esta película no se homogenizó completamente, sin embargo, en este trabajo el tamaño de partícula en la película sin modificar no es de interés; en la figura 38 se presenta la composición elemental de la película sin modificar.

Figura 38. Caracterización estructural de las películas de TiO₂ sin modificar (SEM).



Fuente: elaboración propia.

En la figura 38 se puede observar el análisis de rayos X de energía dispersa; la cual identifica la composición elemental del material analizado¹⁸⁰, los datos obtenidos en la figura 38 consisten en espectros que muestran los picos correspondientes a los elementos presentes en la muestra¹⁸¹, los picos generados en la muestra se deben a que un haz incidente de electrones penetra completamente los átomos de la muestra lo cual ocasionó una interacción inelástica con el núcleo por tanto emitió un rayo X¹⁸² representado en la figura 36; “Como la deceleración depende de la fuerza de la interacción, el rayo X emitido tiene un amplio rango de energía hasta la del haz incidente”¹⁸³, es por ello que en la imagen es posible observar más de un pico correspondiente al Ti a medida que aumenta la energía incidente.

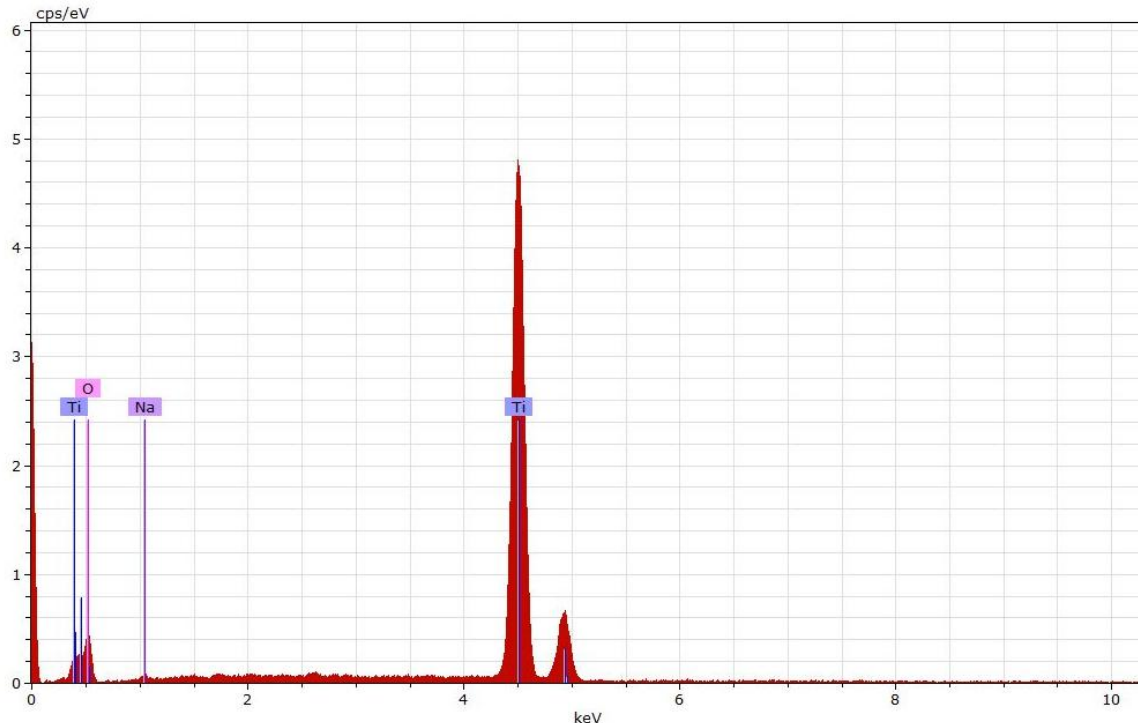
¹⁸⁰ INTERTEK. Análisis de rayos X dispersivos de energía (EDX). [En línea] Disponible en: <https://www.intertek.com/analysis/microscopy/edx/>

¹⁸¹ Ibid.

¹⁸² SERVICIOS TÉCNICOS DE INVESTIGACIÓN. Técnicas de análisis químico superficies. [En línea] Disponible en: <https://ssyf.ua.es/es/formacion/documentos/cursos-programados/2012/especifica/tecnicas-instrumentales-en-el-analisis-de-superficie/26-noviembre-tecnicas-de-analisis-quimico-superficies.pdf>

¹⁸³ Ibid

Figura 39. Composición elemental de las películas de TiO₂ sin modificar (EDX).



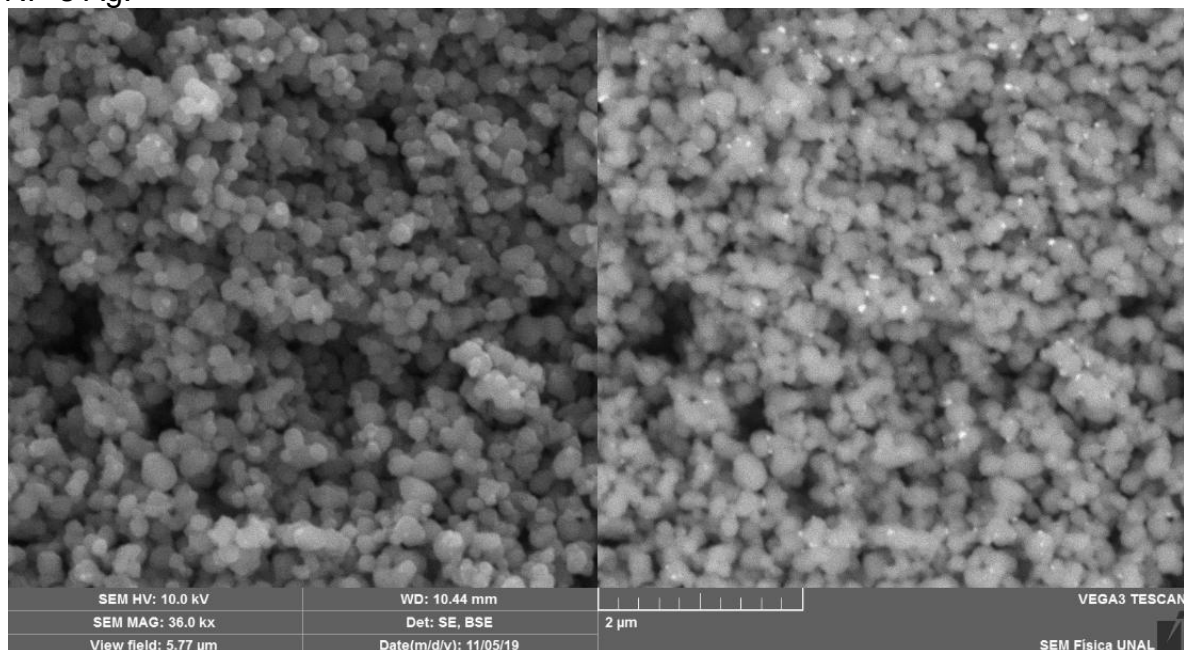
Fuente: elaboración propia.

3.2.2 Caracterización por SEM películas de TiO₂ modificadas con NP's Ag. La caracterización morfológica se realizó con un microscopio electrónico de barrido, la potencia usada fue de 10 Kv; teniendo como resultado un tamaño de partícula del TiO₂ de 250 nm aproximadamente, mientras que el tamaño de las partículas de plata fue entre los 35 y 40 nm; en lo cual entrarían a ser nanopartículas de plata por el tamaño obtenido, ya que si el tamaño de partícula se encuentra por debajo de los 100 nm clasifica como nanopartícula¹⁸⁴; cabe resaltar que con respecto a la figura 37, el TiO₂ presente en la imagen 39, tiene uniformidad en su estructura además de ello, no se evidencia aglomeración como si se presentaba en la figura 37.

No se observa aglomeración de nanopartículas de plata en la película, esto es debido al método empleado para su síntesis, se encuentran dispersas por toda la muestra, lo cual es importante resaltar ya que en el proceso de remoción el área de superficie de contacto no se va a ver afectada y, por lo tanto, el proceso se realizará con éxito debido a la cantidad de sitios activos de reacción.

¹⁸⁴ GUTIÉRREZ WING, Claudia. Las nanopartículas: pequeñas estructuras con gran potencial ¿Por qué el interés en estos materiales? ¿Qué aplicaciones tienen? [En línea] Disponible en: <http://inin.gob.mx/publicaciones/documentospdf/39%20NANOPARTICULAS.pdf>

Figura 40. Caracterización estructural de las películas de TiO₂ modificadas con NP's Ag.

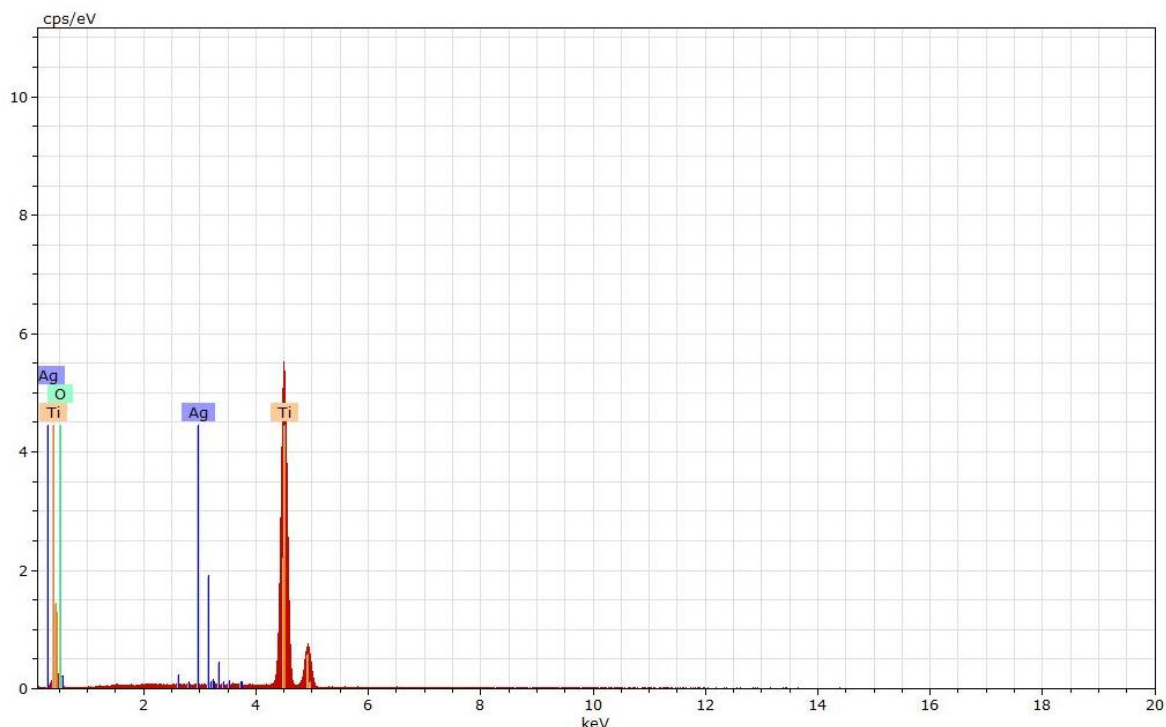


Fuente: elaboración propia.

En la figura 40 se puede observar el análisis de rayos X de energía dispersa; teniendo que la muestra tiene presencia de Ti, Ag y O, sin ningún otro elemento que pueda contaminar la mezcla, aun con los métodos empleados para la síntesis de nanopartículas ninguno de los reactivos empleados se encuentra en la caracterización, lo cual demuestra que el método resulta ser prometedor para preservar la acción de los compuestos depositados anteriormente (TiO₂).

La proporción del TiO₂ con respecto a las de nanopartículas de plata es de 99.83% y 0.17% en la muestra analizada, sin embargo, este pequeño porcentaje de plata presente en la muestra es capaz de potencializar el TiO₂ a más del doble de su capacidad en presencia de luz visible, por lo tanto, las proporciones empleadas son las correctas para llevar a cabo el proceso de remoción.

Figura 41. Composición elemental de las películas de TiO₂ modificadas con NP's Ag.



Fuente. elaboración propia.

3.2.3 Caracterización por DRX películas de TiO₂ modificadas con NP's Ag. La caracterización por DRX se llevo a cabo para una muestra de TiO₂ modificada con nanoparticulas de plata; la figura 41 indica la presencia de elementos cuando el pico está muy pronunciado, por lo tanto los picos 25, 37 y 48 corresponden a TiO₂¹⁸⁵,¹⁸⁶ teniendo que en estos picos, el TiO₂ se encuentran en fase anatasa¹⁸⁷, verificando así, que efectivamente la película de TiO₂ calcinada a 650°C se

¹⁸⁵ POOKMANEE, PUSIT & PHANICHPHANT, SUKON. Titanium dioxide powder prepared by a sol-gel method. Revista Journal of Ceramic Processing Research, 2009. , Volumen 10, pp. 167-170. Disponible en:

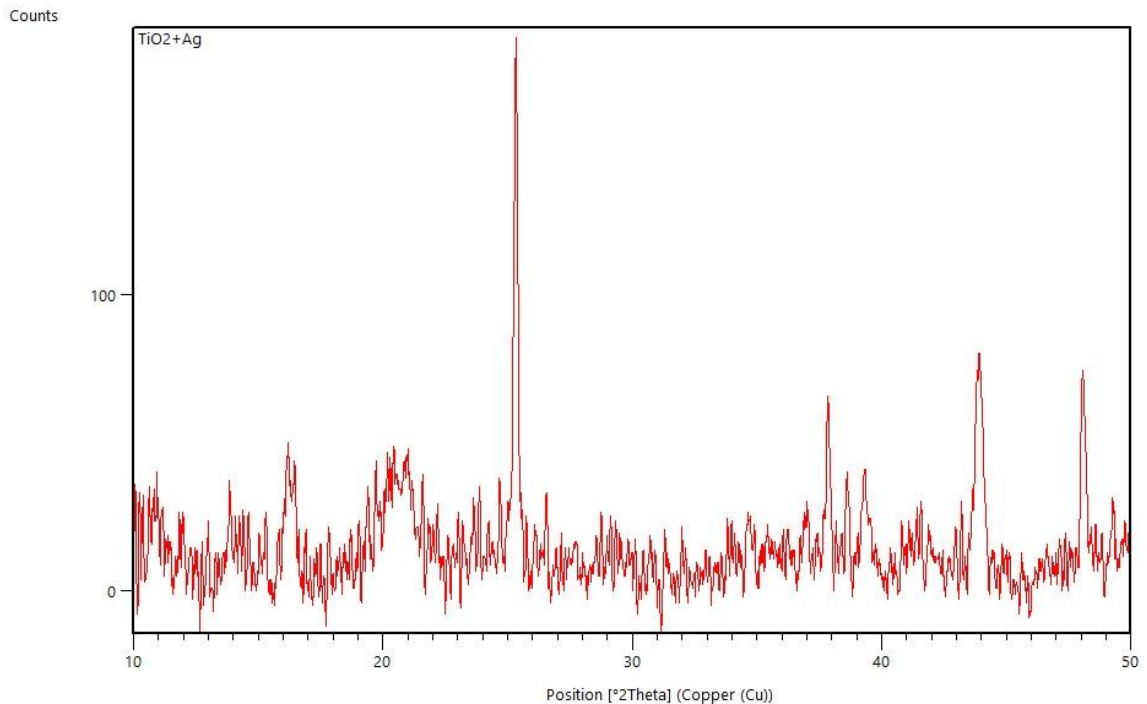
https://www.researchgate.net/publication/259384953_Titanium_dioxide_powder_prepared_by_a_sol-gel_method

¹⁸⁶ SAUTHIER, GUILLAUME. Preparación y caracterización de capas delgadas y estructuras de óxido de titanio para aplicaciones fotocatalíticas activadas mediante radiación UV o visible. Tesis doctoral para optar por el título de doctor de ciencia de los materiales. Universidad autónoma de Barcelona 2012. [Consultado 17 Agosto de 2019]. P. 40. Disponible en: <https://core.ac.uk/download/pdf/13326892.pdf>

¹⁸⁷ D. KACZMAREK, et al. Structural investigations of TiO₂:Tb thin films by X-ray diffraction and atomic force microscopy. Revista Applied Surface Science, 2008, Volumen 254, Issue 14, P. 4303-4307, ISSN 0169-4332, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2008.01.018>. Disponible en: (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433208000573>)

encuentra en la fase correspondiente; la figura 41 indica que en los picos 38 y 44 hay presencia de plata metálica¹⁸⁸.

Figura 42. Rayos X de muestra de TiO₂ modificadas con NP's Ag.



Fuente: elaboración propia.

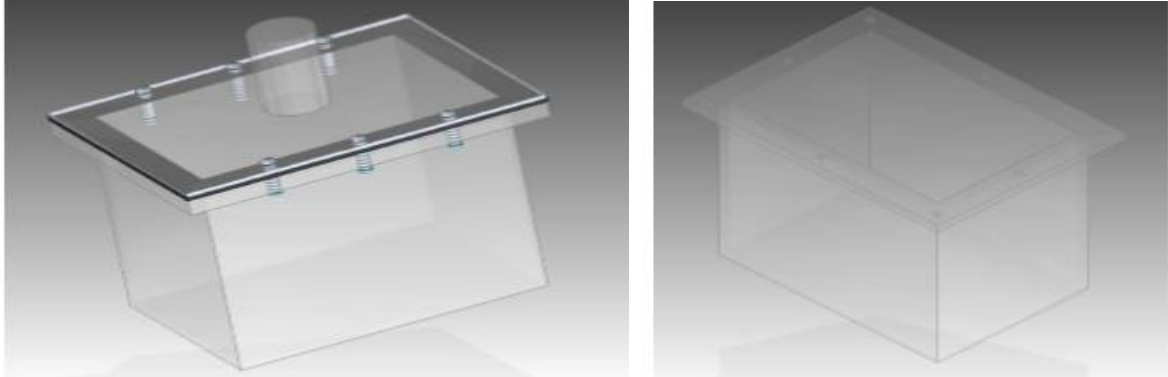
3.3 FOTOREACTOR

Para el desarrollo del proyecto fue necesario implementar válvulas de escape y admisión al reactor, esto debido al manejo adecuado del gas, por tanto, es indispensable implementar un sistema de control de fugas el cual permite el seguimiento seguro de procesos, aportando confiabilidad y seguridad a este.

Además de ello fue necesario bloquear cualquier entrada de luz que este tuviera para evitar cambios significativos en el proceso de remoción de metano (CH₄) por la incidencia de la luz externa, las luces empleadas para el proceso fueron implementadas fuera del reactor esto para evitar cualquier tipo de corto dentro del mismo.

¹⁸⁸ CUETO, et al. Caracterización de Películas Delgadas de n-TiO₂ Modificadas con Nanopartículas de Plata. 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. 2010. [En línea] disponible en: https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/42/044/42044022.pdf?r=1&r=1

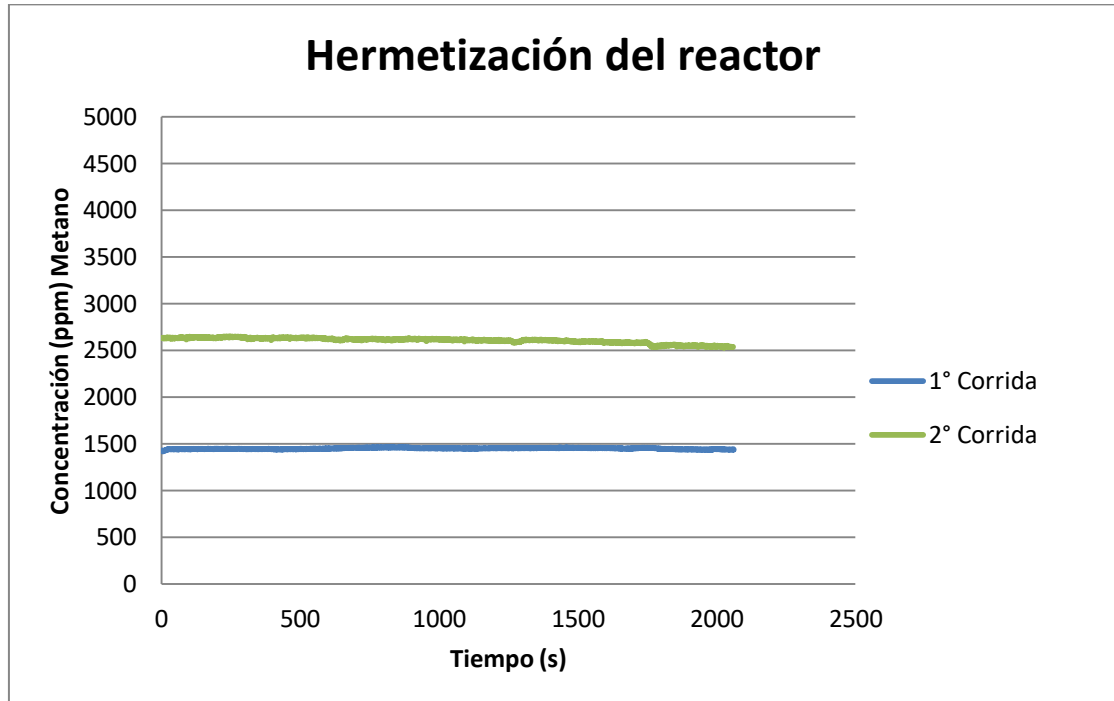
Figura 43. Fotorreactor empleado para la remoción de metano (CH₄).



Fuente: PORTELA, Laura. Grupo de investigación de materiales fotoactivos. Universidad de América. 2016

3.3.1 Control de fugas. El proceso de hermetización se llevo a cabo en el fotorreactor empleado para la remoción de metano, esto fue necesario para determinar si había presencia de fugas en el reactor, en el grafico 10 se puede evidenciar que efectivamente el reactor se sello completamente, debido a que la concentración de gas suministrada en el reactor permaneció constante a lo largo del tiempo.

Gráfico 10. Hermetización del reactor.



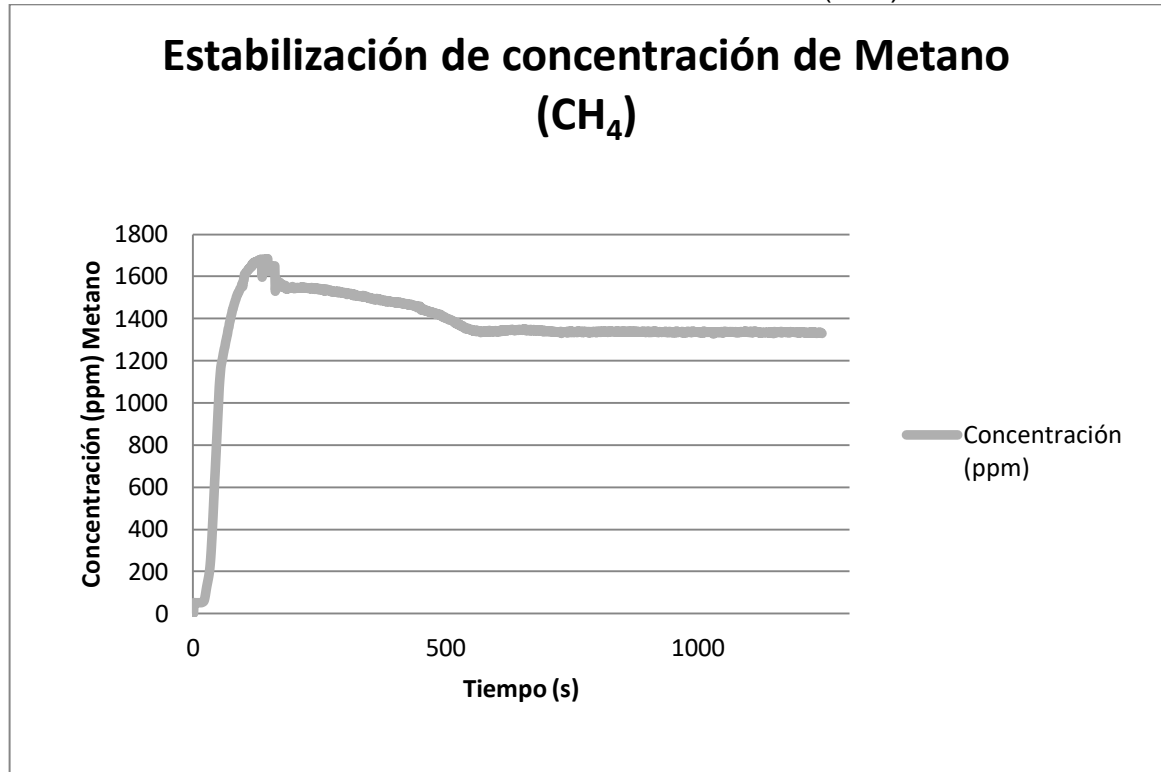
Fuente: elaboración propia.

El proceso de control de fugas se llevó a cabo con dos concentraciones de gas diferentes, esto para descartar posibles errores en cuanto al manejo de diferentes concentraciones de gas presentes en el fotorreactor.

3.3.2 Degradación de metano sobre películas. El proceso se llevó a cabo en un fotorreactor, garantizando que la única luz para llevar a cabo la reacción fuera el arreglo construido presentado en la figura 27. El proceso se llevó a cabo en dos etapas, fase oscura y fase de remoción.

3.3.2.1 Fase oscura. Para el proceso inicial, es necesario lograr la estabilidad del gas, ya que en ese punto el gas se encuentra distribuido por todo el sistema; por tanto, es necesario evitar las fluctuaciones de los datos obtenidos por medio del sensor MQ-4 permitiendo determinar la concentración inicial del gas.

Gráfico 11. Estabilización de la concentración de metano (CH_4) en el fotorreactor.



Fuente: elaboración propia.

El proceso consiste en permitir el ingreso del gas al fotorreactor; este debe estar completamente oscuro, para que el gas no reaccione con las películas ya depositadas en el reactor, debido a que si entra en contacto con la luz ya sea visible o ultravioleta las películas pueden remover un porcentaje del gas antes de encender las luces dispuestas para la reacción; y los datos obtenidos no serían confiables; una vez y el gas se encuentre en el fotorreactor, se espera a que la concentración se estabilice, este proceso dura aproximadamente 15 minutos, transcurrido este tiempo y verificando el gráfico que presenta el programa, es posible seguir con la segunda fase; fase de remoción.

3.3.2.2 Fase de remoción. Una vez estabilizada la concentración en el sistema, se procede a encender las luces según el procedimiento que se esté llevando a cabo; la única luz incidente debe ser el arreglo usado para el desarrollo del procedimiento; el proceso finaliza cuando la concentración se estabiliza de nuevo, aproximadamente este proceso tiene una duración de una hora y media.

3.3.3 Diseño de experimentos. Para el desarrollo del objetivo se realizó un diseño de experimentos de factor completo o multifactorial, el cual permite determinar la influencia de tres factores los cuales son tipo de catalizador, luz y la implementación de un ventilador para el proceso de remoción de metano; estas variables fueron seleccionadas debido a que según bibliografía, el tamaño de partícula afecta en los procesos de degradación¹⁸⁹ así mismo como la luz empleada en el proceso, para ello se implementaron dos tipos de luz¹⁹⁰; luz ultravioleta y luz visible, como tercer variable a estudiar fue la implementación de un ventilador, esto debido a la influencia que tiene sobre el comportamiento del gas.

Para garantizar la reproductibilidad de los experimentos; fue necesario llevar a cabo un duplicado por corrida experimental con el fin de minimizar el error aleatorio¹⁹¹. A continuación, se presentará la tabla de resultados obtenidos en las corridas experimentales.

¹⁸⁹G. SANZONE, et al. Ag/TiO₂ nanocomposite for visible light-driven photocatalysis. Revista Superlattices and Microstructures, 2018. Volume 123,P. 394-402. ISSN 0749-6036, <https://doi.org/10.1016/j.spmi.2018.09.028>. Disponible en: (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749603618314423>)

¹⁹⁰ JASPAL SINGH, et al. Synthesis of Ag-TiO₂ hybrid nanoparticles with enhanced photocatalytic activity by a facile wet chemical method. Revista Nano-Structures & Nano-Object. 2019.

¹⁹¹ MELÉNDEZ ZAMBRANO, Nicolás y NAVARRO RAMÍREZ, María Alejandra. Op. cit

Tabla 10. Porcentajes obtenidos en la remoción de metano (CH₄) por duplicado.

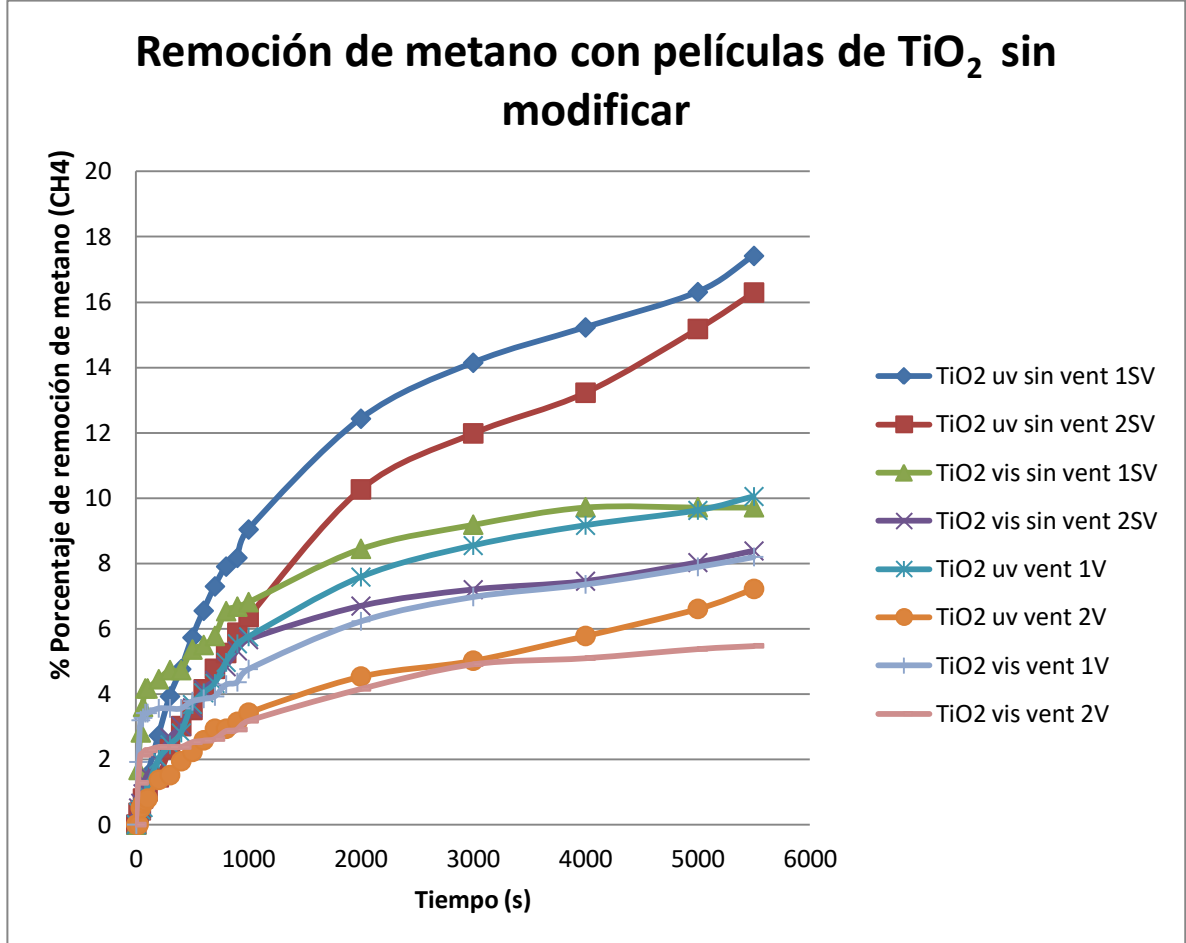
Catalizador	Sin implementación de ventilador		Implementación de ventilador	
	Ultravioleta	Visible	Ultravioleta	Visible
TiO ₂ sin modificar	17.41%	9.71%	10.04%	8.19%
	17.33%	8.37%	7.21%	5.47%
TiO ₂ modificado con macropartículas	39.94%	25.54%	33.93%	16.34%
	37.58%	4.56%	30.55%	17.29%
TiO ₂ modificado con nanopartículas	48.56%	27.07%	31.04%	22.44%
	50.07%	28.85%	32.47%	21.24%

Fuente: elaboración propia.

Los resultados obtenidos fueron graficados, determinando que efectivamente, se comportaban según lo esperado, en contacto con cualquiera de los 3 catalizadores (TiO₂, TiO₂/ macropartículas de plata o TiO₂/ nanopartículas de plata) la concentración presente en el fotorreactor disminuye considerablemente, sin embargo, en unos disminuye más que en otros, como fin en este diseño de experimentos es encontrar las condiciones que influyen en el proceso de remoción de metano.

En el procedimiento empleado para la degradación de películas sin modificar el mejor porcentaje de remoción fue de 17.41% bajo luz ultravioleta sin presencia de ventilador, sin embargo el mejor resultado obtenido bajo luz visible fue 9.71% sin presencia de ventilador; los porcentajes de degradación evaluados no fueron tan significativos, esto debido a que el dióxido de titanio no interacciona muy bien bajo luz visible, sin embargo bajo luz ultravioleta presentó mayor porcentaje de degradación, la implementación del ventilador disminuyó el porcentaje de degradación, esto debido a que el ventilador no permitía el contacto necesario del catalizador y contaminante.

Gráfico 12. Remoción de metano con películas de TiO₂.

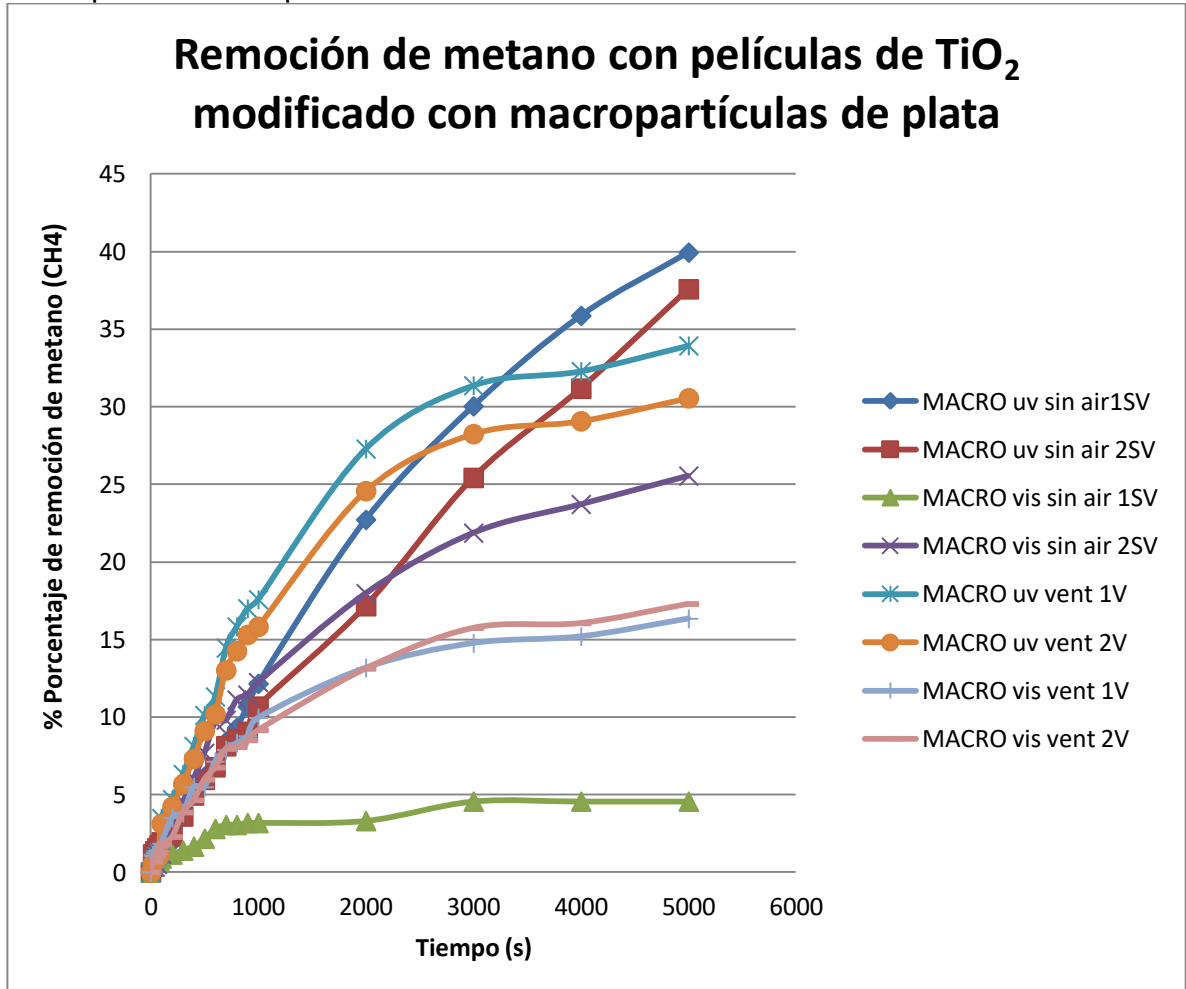


Fuente: elaboración propia.

*SV: Sin ventilador. *V: Con ventilador. *Sin air: Sin aireación. *Vent: Con ventilador.

En el procedimiento llevado a cabo con las películas de TiO₂ modificadas con macropartículas se tiene que el mejor porcentaje de remoción fue de 39.94% bajo luz ultravioleta sin presencia de ventilador en cuanto a la influencia en luz visible, el mejor porcentaje fue de 25.54% sin presencia de ventilador, la implementación de la plata en el catalizador, aumento la capacidad de remoción del catalizador, esto debido a que la plata tiene la capacidad de disminuir el Bang Gap del dióxido de titanio, permitiendo que la reacción se dé con mayor facilidad, tanto bajo luz visible como bajo luz ultravioleta, teniendo que el mejor porcentaje de degradación se da bajo luz ultravioleta, esto debió a que el fotón proveniente de esta luz cuenta con mayor energía que la proveniente de la luz visible.

Gráfico 13. Remoción de metano con películas de TiO₂ modificado con macropartículas de plata.



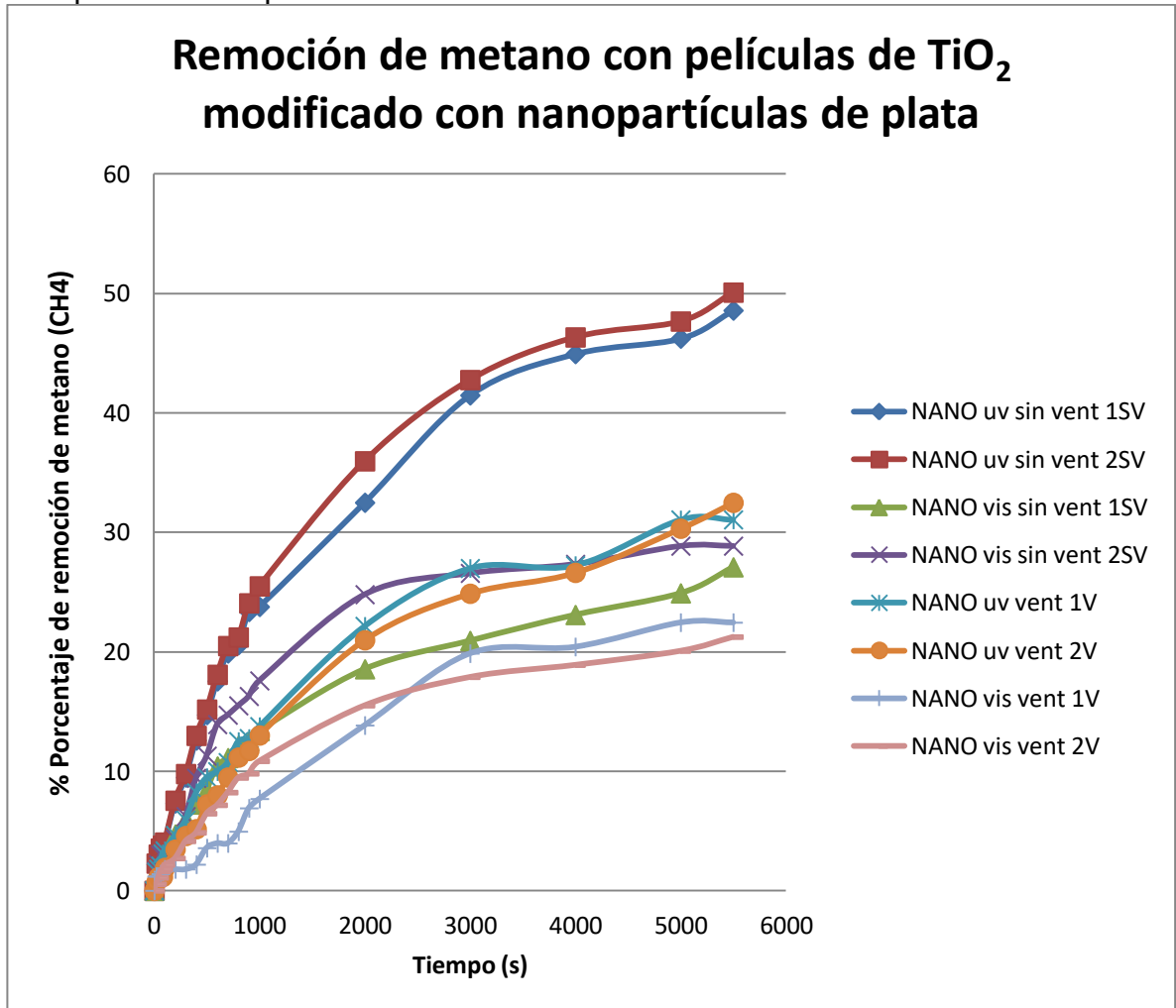
Fuente: elaboración propia.

*SV: Sin ventilador. *V: Con ventilador. *Sin air: Sin aireación. *Vent: Con ventilador.

En el procedimiento llevado a cabo con las películas de TiO₂ modificadas con nanopartículas se tiene que el mejor porcentaje de remoción fue de 50.07% bajo luz ultravioleta sin presencia de ventilador en cuanto a la influencia en luz visible, el mejor porcentaje fue de 28.85% sin presencia de ventilador; en la evaluación realizada bajo la influencia de la implementación de las nanopartículas de plata se tiene que ellas tienen gran influencia frente al porcentaje de remoción de metano, esto debido a que su tamaño y la distribución que tienen en el catalizador, permite que la reacción se dé con mayor facilidad, ya que frente a las macropartículas, las nanopartículas cuentan con mayor área superficial, la cual permite que haya mayor contacto contaminante/catalizador, mientras que en el catalizador

modificado con macropartículas, el área superficial disminuye por lo tanto el porcentaje de remoción es menor.

Gráfico 14. Remoción de metano con películas de TiO_2 modificado con nanopartículas de plata.



Fuente: elaboración propia.

*SV: Sin ventilador. *V: Con ventilador. *Sin air: Sin aireación. *Vent: Con ventilador.

Para el desarrollo del diseño experimental se tuvo en cuenta lo siguiente:

Tabla 11. Datos diseño factorial múltiples niveles.

Diseño factorial múltiples niveles	
Factores	3
Corridas Base	12
Bloques base	1
Replicas	2
Total de corridas	24
Total de bloques	1

Fuente: elaboración propia.

Como factores se tuvo en cuenta: tamaño de partícula, luz y la implementación de ventilador, para su desarrollo se tuvo en cuenta la implementación de réplicas, las cuales se encuentran en los gráficos 12-14, teniendo que el comportamiento entre ellas es similar, sin embargo no es igual, esto debido a las alteraciones que se pueden dar durante las corridas experimentales, los porcentajes de remoción obtenidos en cada replica, no se distancian mucho, son muy cercanos entre sí, sin embargo en la corrida realizada para el catalizador modificado con macropartículas irradiado con luz visible sin la implementación del ventilador, para la primera corrida tuvo un porcentaje de degradación del 25.54% sin embargo en su réplica tuvo un porcentaje de degradación del 4.56%, en donde se evidencia que los resultados se distancian el uno del otro, estos resultados pudieron deberse a que estas fueron una de las primeras corridas, y el sensor se estaba adaptando al medio o debido a la ausencia de oxígeno en el reactor, sin embargo este fue el único caso que se dio en donde los porcentajes se distanciaban tanto.

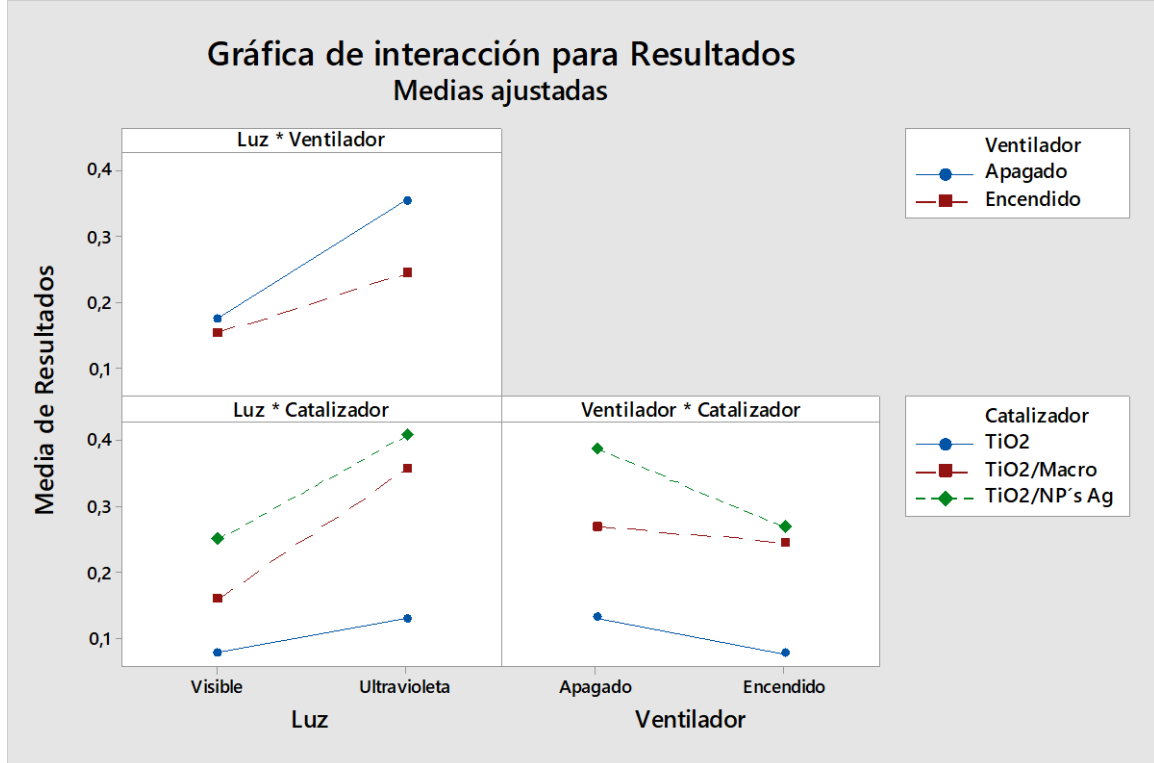
Se formuló la hipótesis alterna y la hipótesis nula con un nivel de significancia de 0.05; teniendo que:

Cuadro 5. Método.

Hipótesis nula	Todas las varianzas son iguales
Hipótesis alterna	Por lo menos una varianza es diferente
Nivel de significancia	$\alpha = 0.05$

Fuente: elaboración propia.

Figura 44. Gráfico de interacción.

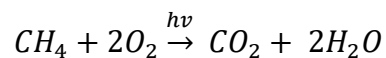


Fuente: elaboración propia, con base en Minitab 2018.

Como se puede observar en la figura 43 se encuentra el gráfico de interacción de los factores empleados para el diseño de experimentos, en este experimento no hay interacción entre los factores, esto quiere decir que la combinación de los factores no posee influencia en la variable de respuesta, la cual son los porcentajes de remoción de metano. Sin embargo, tiene mayor respuesta las interacciones entre la luz ultravioleta y la no presencia del ventilador, esto debido a los porcentajes obtenidos en la remoción de metano.

3.3.4 Cinética de reacción. Para su desarrollo la toma de los datos para determinar el orden de reacción y la constante cinética se seleccionó desde el momento en donde empezaba a remover la concentración de metano hasta el momento en donde la concentración se estabilizó, esto debido a que la cinética determina el tiempo en el cual ocurre la reacción. La remoción de metano se da por la ecuación 7:

Ecuación 7. Remoción de metano.



Para su desarrollo no se varió temperatura ya que según bibliografía la fluctuación de temperatura tiene poco efecto en el proceso de fotooxidación¹⁹².

En este mecanismo, el oxígeno del catalizador, en donde efectivamente hay presencia de oxígeno según los resultados obtenidos en el análisis de rayos X de energía dispersa, en donde se tiene que el porcentaje en peso de TiO₂ con respecto a las NP's Ag es del 99.83% pero el porcentaje del O presente en el dióxido de titanio es de 38.11% habiendo gran disponibilidad de oxígeno para llevar a cabo la reacción; el oxígeno oxida las moléculas del sustrato, produciéndose vacantes de oxígeno en la superficie del catalizador, posteriormente las vacantes de oxígeno del catalizador reaccionan con el oxígeno gaseoso presente en el reactor, teniendo que la estructura catalítica es regenerada nuevamente¹⁹³, la reacción se detiene aproximadamente a la hora y media, esto puede ser por el agotamiento de oxígeno disponible en el catalizador¹⁹⁴.

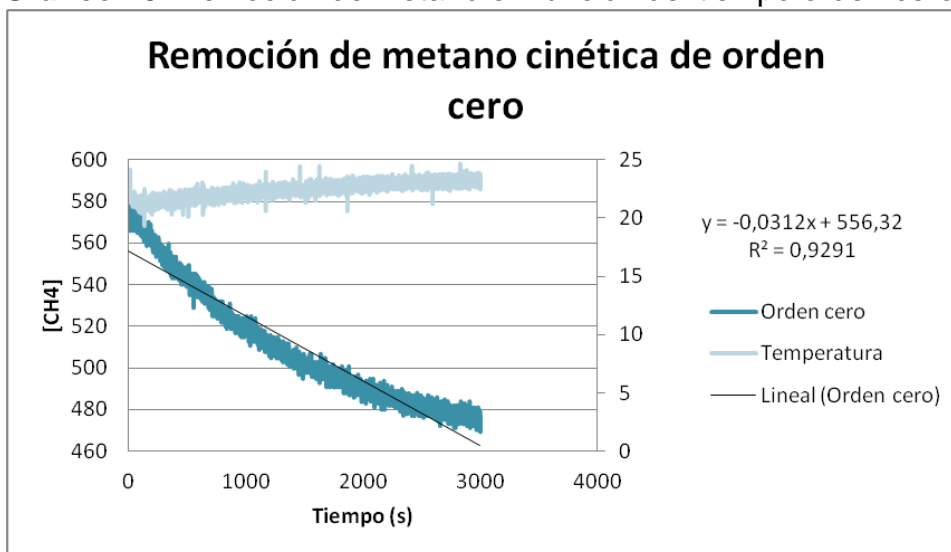
3.3.4.1 Cinética de reacción sobre películas de TiO₂ modificadas con NP's Ag de plata bajo luz visible en presencia de ventilador orden cero. Este análisis se realiza para la determinación de las potencias a las cuales se encuentran elevadas las concentraciones de los reactivos presentes en la reacción; en el gráfico 15 se puede observar que la concentración de metano no disminuye de manera lineal con relación al tiempo ya que se tiene un $R^2 = 0.9291$; por lo tanto la cinética de orden cero no obedece a la remoción de metano; en este proceso se realizó el monitoreo constante de temperatura teniendo que esta permaneció lineal con respecto al tiempo de reacción, teniendo que durante la ocurrencia de la reacción no hay cambios significativos de temperatura, la temperatura a la cual se llevó a cabo el proceso fue de 22.8451°C, este seguimiento continuo se llevó a cabo por medio del sensor LM35.

¹⁹² CHEN, X., et al. Photocatalytic oxidation of methane over silver decorated zinc oxide nanocatalysts. *Revista Nature Communications*. 2016. Volumen 7. doi:10.1038/ncomms12273. [En línea] disponible en: <https://www.nature.com/articles/ncomms12273#citeas>

¹⁹³ YU, X.. et al. Selective photocatalytic conversion of methane into carbon monoxide over zinc-heteropolyacid-titania nanocomposites. 2019. *Revista Nature Communications*. Volumen 10, doi:10.1038/s41467-019-08525-2 [En línea] disponible en: <https://www.nature.com/articles/s41467-019-08525-2#citeas>

¹⁹⁴ *ibid*

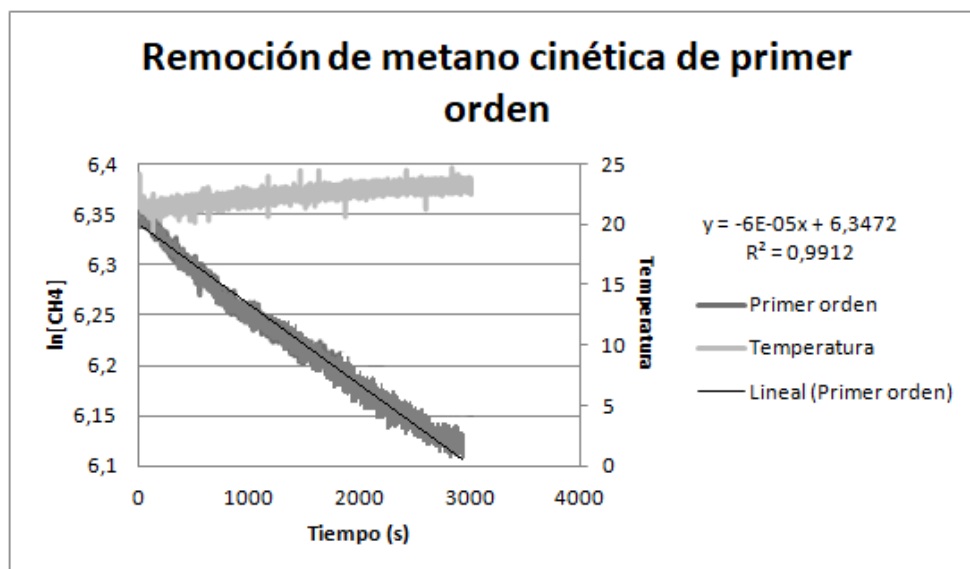
Gráfico 15. Remoción de metano en función del tiempo orden cero.



Fuente: elaboración propia.

3.3.4.2 Cinética de reacción sobre películas de TiO_2 modificadas con NP's Ag de plata bajo luz visible en presencia de ventilador primer orden.

Gráfico 16. Remoción de metano en función del tiempo primer orden.



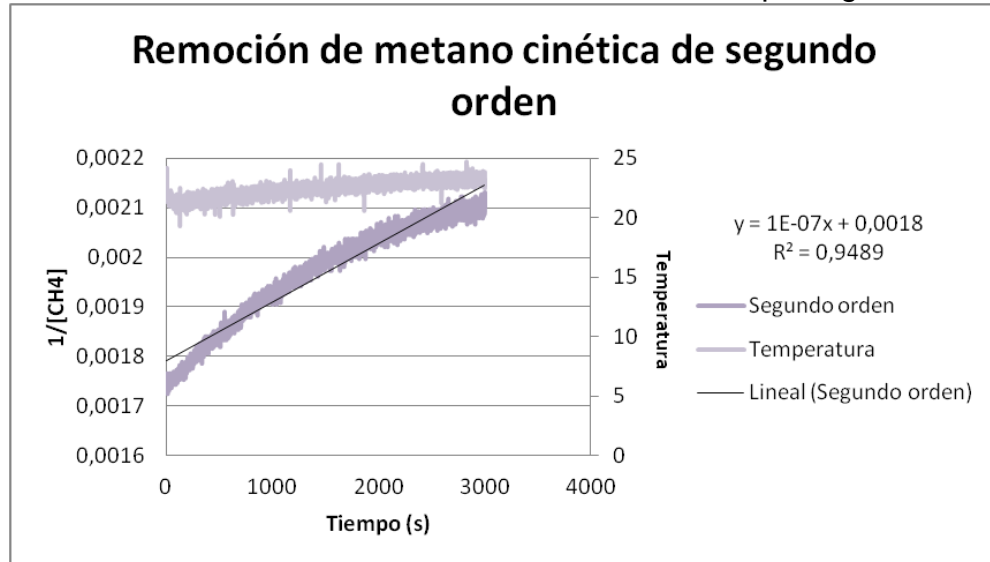
Fuente: elaboración propia.

Como se observa en el gráfico 16 el obtenido fue de $R^2=0.9912$ teniendo que efectivamente la remoción de metano corresponde a una reacción de primer orden ya que el comportamiento es lineal, por lo tanto se tiene que las potencias a las cuales se encuentra elevado los reactivos es de 1, según revisión bibliográfica se

tiene que esta reacción es de primer orden ¹⁹⁵. A partir de los datos obtenidos por este gráfico es posible determinar la constante de velocidad de la reacción.

3.3.4.3 Cinética de reacción sobre películas de TiO₂ modificadas con NP's Ag de plata bajo luz visible en presencia de ventilador segundo orden. El gráfico 17 no se ajusta linealmente debido a que presenta un R²= 0.9489, dando como resultado que la concentración no disminuye linealmente como sería lo esperado.

Gráfico 17. Remoción de metano en función del tiempo segundo orden.



Fuente: elaboración propia.

3.3.5 Constante de velocidad. Según los datos obtenidos se obtuvo la ecuación 6, la cual describe la velocidad de remoción de metano sobre películas de de TiO₂ modificadas con NP's Ag; la constante es pequeña debido a las cantidades de metano empleadas para realizar la remoción fueron muy grandes, esto para que el sensor fuera capaz de sensor la concentración presente en el reactor; los procesos de fotodegradación son empleados para remover específicas y pequeñas cantidades de una sustancia.

Ecuación 8. Velocidad de remoción de metano.

$$-r_{[CH_4]} = 0.00006 \text{ s}^{-1} [CH_4]^1$$

¹⁹⁵ CHEN, X., et al. Op cit.

4. CONCLUSIONES

- Fue posible la síntesis de películas de TiO_2 utilizando como método de deposición Doctor Blade y Spin Coating; modificándolas con nanopartículas de plata por el método de Dip Coatig.
- Se obtuvieron películas de TiO_2 , utilizando como método de deposición spin coating variando temperatura de calcinación (650°C y 700°C) obteniendo que la temperatura no representa un factor importante en el proceso de remoción de azul de metileno; sin embargo las películas depositadas por Doctor Blade superaron el porcentaje de remoción de azul de metileno con respecto a las depositadas por sping coating.
- Fue posible modificar películas de TiO_2 por el método de Dip Coatig con nanopartículas de plata, las cuales fueron sintetizadas por cuatro métodos, teniendo que los resultados que mostraron el mejor porcentaje de remoción de azul de metileno fue el método de Síntesis verde-poliol en donde se obtuvo un porcentaje remoción de 75.08% bajo luz visible, con un tiempo de inmersión de 1 segundo, demostrando una excelente respuesta frente a un contaminante complejo.
- Se obtuvieron nanopartículas de plata de tamaño entre 35-40 nm a partir del método Síntesis verde-poliol, teniendo que según el análisis SEM las nanopartículas de plata no se encontraban aglomeradas en el catalizador, sino que se encontraban totalmente dispersas en él lo cual permitía un alto contacto por la disponibilidad de área superficial para la reacción, dando como respuesta un alto porcentaje de degradación tanto en azul de metileno como en la remoción de metano.
- Los resultados mostraron que las variables influyentes en el proceso de remoción de metano (CH_4) mediante un desarrollo experimental, fueron: tamaño de partícula y tipo de luz empleado estos dos sin presencia del ventilador, estableciendo que las películas de TiO_2 modificadas con nanopartículas de plata obtuvieron un porcentaje de remoción del 28.85% bajo luz visible y de 50.07% bajo luz ultravioleta, determinando que la influencia del ventilador no permite la interacción adecuada ente el catalizador y el gas metano.
- A partir de los datos obtenidos de la remoción foto-catalítica de metano, se determinó que esta reacción obedece a un primer orden. De igual forma, se determinó la constante de velocidad la cual tiene un valor de $0,00006 \text{ s}^{-1}$.

5. RECOMENDACIONES

- Se recomienda evaluar el ciclo de vida de las películas de TiO_2 modificadas con nanopartículas de plata.
- Se recomienda implementar un sistema de iluminación interno en el foto-reactor.
- Se recomienda probar la eficiencia de nuevos catalizadores como ZnO para las degradaciones de contaminantes líquidos y gaseosos.
- Se recomienda implementar un sensor más robusto que permita trabajar a bajas concentraciones de gas.
- Se recomienda realizar una comparación con diferentes gases con respecto a un catalizador o viceversa.
- Se recomienda escalar el proceso para evaluar su viabilidad técnico-financiera.

BIBLIOGRAFÍA

AIGUA, El cambio climático y su impacto en el ciclo del agua [en línea] 2013, (Abril): [Fecha de consulta: 26 de abril de 2019] Disponible en: <https://www.iagua.es/2006/10/el-cambio-climtico-y-su->

ALAMA MARTÍNEZ. Instituto Tecnológico de Toluca. Degradación azul de metileno y 4-clorofenol por fotocátalisis con luz ultravioleta, utilizando TiO₂ como catalizador. Metepec, Estado de México. Septiembre.2010. Pg. 9.

AMHASEFER, Los efectos del metano en la atmósfera COLOMBIA [en línea]: [Fecha de consulta: 25 de abril de 2019] Disponible en: <https://www.amhasefer.com/pvrgJpjV/>

BAICUE, Juan Sebastian. Degradación del azul de metileno y verde de malaquita por fotocátalisis heterogénea utilizando dióxido de titanio dopado con nitrógeno (N-TiO₂) bajo luz visible. Trabajo de grado para optar al título de Químico Industrial. Pereira. Universidad Tecnológica de Pereira. 2015.

BELTRÁN GONZÁLEZ, Tatiana carolina y RIVERA SÁNCHEZ, Cristian David. Construcción de un reactor fotocatalítico monitoreado por LabVIEW para determinar el ciclo de vida de la ilmenita. [En línea]. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico e Ingeniero Mecánico. Fundación Universidad de América, 2019. p. 28. [Consultado 14 Octubre 2018]. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6905/1/4122562-2018-2-IM.pdf>

BIOLOGÍA. Efecto invernadero, [en línea] : [Fecha de consulta: 19 de abril de 2019] Disponible en: <http://www.principia-malaga.com/p/images/pdf/invernadero.pdf>

BOHÓRQUEZ BONILLA. Determinación del ciclo de vida de las películas de tio₂/CuO/Ag y su efecto antimicrobiano sobre e.coli en luz visible. Anteproyecto de grado Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América. 2018. p. 11-12.

BOHÓRQUEZ BONILLA. Determinación del ciclo de vida de las películas de TiO₂/CuO/Ag y su efecto antimicrobiano sobre E.coli en luz visible. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América. 2018.

BRUNATTI CARLOS. Introducción a la Espectroscopía de Absorción Molecular Ultravioleta, Visible e Infrarrojo Cercano. [en línea]: [Fecha de consulta: 28 de abril de 2019] Disponible en: <http://materias.fi.uba.ar/6305/download/Espectrofotometria.pdf>

BOLTON, William. "Sensores y Transductores" en Mecatrónica Sistemas de Control Electrónico en Ingeniería Mecánica y Eléctrica [En línea]. Alfaomega, 2013, pp. 31. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: https://www.academia.edu/39131931/Mecatr%C3%B3nica_Sistemas_de_control_electr%C3%B3nico_en_la_ingenier%C3%ADa_mec%C3%A1nica_y_el%C3%A9ctrica_5ta_Edici%C3%B3n

CABEZAS CARRERO, Ledy Vanessa y TORRES QUINTERO, Edna Lorena. Evaluación preliminar de la película de TiO_2 soportada en vidrio y del TiO_2 modificados con recubrimientos de plata en la degradación de azul de metileno. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América. Facultad de Ingenierías, 2012. 61 p.

CADAVID MEJÍA, John Jairo Aplicación de los procesos avanzados de oxidación como alternativa de tratamiento de plaguicidas obsoletos: caso Paraquat. Trabajo de grado presentado como requisito para optar el título de Maestría en Ingeniería Sanitaria y Ambiental. Santiago de Cali. Universidad del Valle. Facultad de Ingenierías. 2011. 15 p.

CASTRO CARREÑO, Nathalia y ROJAS CHITIVA, Wilson Javier. Síntesis de óxidos mixtos de Mn-fe mediante el método de auto combustión para la degradación de cristal violeta en aguas residuales. [En línea]. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América, 2019. [Consultado 14 Octubre 2019]. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6703/1/6102548-2018-1-IQ.pdf>

CARVAJAL MUNOZ, Juan Sebastián. Fotocatálisis heterogénea para el abatimiento de tensoactivos aniónicos en aguas residuales. Revista. P+L [online]. 2011, vol.6, n.2 [en línea]: [Fecha de consulta: 31 de julio de 2019] Disponible en: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1909-04552011000200009&lng=en&nrm=iso. ISSN 1909-0455.

CANDAL, Roberto J, Bilmes Sara A. y Blesa Miguel A. Semiconductores con actividad fotocatalítica. Capítulo 4.

CABEZAS CARRERO, TORRES QUINTERO. Evaluación preliminar de la película de TiO_2 soportada en vidrio y del TiO_2 modificados con recubrimientos de plata en la degradación de azul de metileno. Trabajo de grado. Fundación Universidad de América 2011. [Consultado 17 mayo de 2019].

CABRERA, Julieta, et al. Efecto del 2-propanol en la síntesis de nanopartículas de plata mediante radiación gamma. Revista de la Sociedad Química del Perú, 74 (4) 2008 pp. 323-331.

CHATTERJEE D, Dasgupta S. Visible light induced photocatalytic degradation of organic pollutants. J PhotochemPhotobiol C.2005
colorimetría. Ley de Lambert-Beer. [anónimo] p. 1. disponible en:
<http://www.qfa.uam.es/labqui/practicas/practica4.pdf>

CRUZ MERCHÁN, Humberto y MORA LANCHEROS, José Sntiago. Reacciones químicas de segundo orden. [Diapositivas], [En línea] 2017, p. 3 Disponible en:
<https://es.slideshare.net/cruzhumberto1/reacciones-quimicas-de-segundo-orden>

DÍAZ ACOSTA, Edgar Manuel. Nanopartículas de plata: síntesis y funcionalización. Una breve revisión [En línea]. [consultado 28 de octubre 2019]
Disponible en:
<http://www.mundonano.unam.mx/ojs/index.php/nano/article/view/60758/59369>

DOMÈNECH, Xavier, et al. Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes. Colección documentos. 2004. p. 3. [en línea] : [Fecha de consulta: 31 de julio de 2019] Disponible en:
https://www.researchgate.net/publication/237764122_Procesos_avanzados_de_oxidacion_para_la Eliminacion_de_contaminantes/

El Dióxido de Titanio ataca nuestro ADN todos los días y nadie hace nada al respecto [Anónimo] fotocatalíticas [en línea] : [Fecha de consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: <https://detenganlavacuna.wordpress.com/2011/01/23/tio2/>

Espectrofotometría. Bases físicas [Anónimo] [en línea] : [Fecha de consulta: 31 de julio de 2019] Disponible en:
<http://sgpwe.izt.uam.mx/files/users/uami/remedial/TEORIA/Espectrofotometria.pdf>

FLORES, Constanza. Nanopartículas de plata con potenciales aplicaciones en materiales implantables: síntesis, caracterización fisicoquímica y actividad bactericida [En línea]. Trabajo de Tesis Doctoral. La plata Argentina. Universidad Nacional de la Plata. Facultad de ciencias exactas, 2014. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en:
http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/34946/Documento_completo.%20Flores%20-%20Area%20Qu%C3%ADmica.pdf?sequence=1

Fundamentos de espectrofotometría. [Anónimo] [en línea] : [Fecha de consulta: 31 de julio de 2019] Disponible en:
https://www.ucursos.cl/odontologia/2010/2/OD0903/1/material_docente/bajar?

GUILLÉN BACA, "Construcción de un equipo Dip Coating, deposición y caracterización de películas de SnO_2 por la técnica de recubrimiento por inmersión. Tesis para optar el título de Licenciada en Física, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa (2018). p. 12.

GREEN FACTS, Potencial de calentamiento [en línea]: [Fecha de consulta: 25 de abril de 2019] Disponible en: <https://www.greenfacts.org/es/glosario/pqrs/potencial-calentamiento-global.htm>

GRUPOVANTI. Composición típica del gas natural. Disponible en: <https://www.grupovanti.com/co/inicio/hogar/el+gas+natural/1297102453941/que+es.html>

GUZMÁN, Miguel. El error experimental en la investigación científica: cuantificación de elementos contribuyentes. [consultado 30 de septiembre de 2019]. Disponible en: <http://iris.paho.org/xmlui/bitstream/handle/123456789/17596/v79n2p121.pdf;jsessionid=18098B818B909366109BFE89333012F6?sequence=1>

HARRIS, Gordon M. Cinética Química. Boston: D.C. Heath and Company, 1973. p. 2. Citado por MELÉNDEZ ZAMBRANO, Nicolás y NAVARRO RAMÍREZ, María Alejandra. Evaluación de la degradación de azul de metileno mediante la técnica de oxidación de aire húmedo con peróxido de hidrogeno empleando óxidos mixtos de Mn, Cu Y/O Fe como catalizador para el tratamiento de aguas residuales provenientes del laboratorio de microbiología de la pontificia universidad javeriana. [En línea]. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América, 2019. [Consultado 14 Octubre 2019]. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/7394/1/6132170-2019-1-IQ.pdf>

HERRAMANN, J.M. Destrucción de contaminantes orgánicos por fotocatalisis heterogénea. UnisersitéCALude Bernard Lyon. p 156-157.

HERRMANN. Jean-Marie. Heterogeneous photocatalysis: state of the art and present applications. En: Topics in Catalysis. Mayo. 2005. p. 49-65.

HERNANDEZ, Christian. Evaluación de distintas técnicas de deposición de recubrimientos sol-gel en aleaciones de aluminio. Universidad Nacional Autónoma de Mexico 2014. p 20.

Introducción teórica fundamentos de espectrofotometría [anónimo]: [Fecha de consulta 11 de agosto 2019]. p. 1.

INSTITUTO SINDICAL DE TRABAJO, AMBIENTE Y SALUD. Gases causantes del efecto invernadero. [sitio web][Consulta:12 febrero 2020] Disponible en:

<https://istas.net/istas/guias-interactivas/cambio-climatico-y-sus-efectos/cambio-climatico/clima-y-sistema-0>

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Compendio de normas para trabajos escritos. NTC-1486-6166. Bogotá D.C.: El instituto, 2018 ISBN9789588585673. 156 p.

JULIARENA, Gases de efecto invernadero. ¿Por qué estudiar el metano? [en línea] 2013, (Abril) : [Fecha de consulta: 26 de abril de 2019] Disponible en: <https://www.unicen.edu.ar/content/gases-de-efecto-invernadero-%C2%BFpor-qu%C3%A9-estudiar-el-metano>

LabVIEW Core 2 Participant Guide, Course software Version 2014, 55p.

LASA Hugo, SERRANO Benito, SALAICES Miguel. Photocatalytic reaction Engineering. United States. 2005. p 1-2.

La Teoría de Bandas [Anónimo] [en línea] : [Fecha de consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: https://rodas5.us.es/file/dc3b91ee-0f7c-2f88-41765d95b43de30f/1/tema9_word_SCORM.zip/page_23.htm

LINSEBIGLER, A, Photocatalysis on TiO₂ surfaces: principles, mechanisms, and selected results, En: Chem. (1995).

LITTER, et al. xi-024-tratamiento de residuos nucleares líquidos por fotocatalisis heterogénea. En ResearchGate; [en línea] disponible en: https://www.researchgate.net/figure/Diagrama-simplificado-de-los-procesos-que-ocurren-en-la-fotocatalisis-heterogenea_fig1_228366245

LEGUIZAMÓN et al. Fotosensibilización de TiO₂ con un colorante comercial para fotodegradación de contaminantes orgánicos en agua. [en línea] : [Fecha de consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: <http://www.scielo.org.co/pdf/rudca/v13n2/v13n2a21.pdf>

LEAL, David et al . Diseño y construcción de un sistema automatizado para la elaboración de películas delgadas, por el método de inmersión. Rev. Fac. Ing. UCV, Caracas , v. 26, n. 1, p. 143-148, marzo 2011 . Disponible en http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-40652011000100014&lng=es&nrm=iso. accedido en 29 abr. 2019.

LEÓN-SILVA, Sein, et al. Silver Nanoparticles (AgNP) in the Environment: a Review of Potential Risks on Human and Environmental Health. Water, Air, & Soil Pollution. 227. 1-20. 10.1007/s11270-016-3022-9.

Ley Debouguer- Lambert-Bee. [Anónimo] disponible en: <https://www.uv.mx/personal/aherrera/files/2014/05/L.-Ley-de-Bouguer-Lambert-Beer-0.pdf>

LOS CICLOS BIOGEOQUÍMICOS. espectrofotometría [anónimo]: [Fecha de consulta 11 de agosto 2019]. Disponible en : <https://ccd89spirit.files.wordpress.com/2013/01/ciclo-bioquimicos.pdf>

LUCÍA ESPINOSA. Materiales fotocatalíticos y sus aplicaciones en construcción. Escuela Politécnica Superior de Barcelona de la UPC. España. Febrero.2016. Pg. 29.

LLANES, Carolay Yaneth Guarín y BENAVIDES, Adriana Consuelo Mera. Fotocatálisis heterogénea con TiO₂ para el tratamiento de desechos líquidos con presencia del indicador verde de bromocresol. En: REVISTA INGENIERÍAS UNIVERSIDAD DE MEDELLÍN. 2011.vol. 10, no. 19, p. 80-87

MACTRONICA. Sensor Mq4 Metano Y Gas Natural [En línea]. consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.mactronica.com.co/sensor-mq4-metano-gas-natural-67622012xJM>

MARTÍNEZ HERNÁNDEZ, Alma. Degradación de azul de metileno y 4- clorofenol por fotocatálisis con luz ultravioleta, utilizando tio₂ como catalizador [En línea]. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Estado de México. Instituto Tecnológico de Toluca. 2010, pp. 27.

MANJARRES MARTÍNEZ. Evaluación de la actividad fotocatalítica de la MEZCLA TiO₂/ZnO en la remoción de azul de metileno. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico Fundación Universidad de América. 2019. p. 30. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/7432/1/6141241-2019-2-IQ.pdf>

MANRIQUE. Ciencia básica de los efectos del metano sobre el cambio climático. Estado del arte y escenario de reducción. https://www.cdtdegas.com/images/Descargas/Nuestra_revista/MetFlu9/3_Efectos_del_Metano.pdf

MELÉNDEZ ZAMBRANO, Nicolás y NAVARRO RAMÍREZ, María Alejandra. Evaluación de la degradación de azul de metileno mediante la técnica de oxidación de aire húmedo con peróxido de hidrogeno empleando óxidos mixtos de Mn, Cu Y/O Fe como catalizador para el tratamiento de aguas residuales provenientes del laboratorio de microbiología de la pontificia universidad javeriana. [En línea]. Proyecto Integral de Grado para optar al título de Ingeniero Químico.

Fundación Universidad de América, 2019. [Consultado 14 Octubre 2019]. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/7394/1/6132170-2019-1-IQ.pdf>

MELGAREJO, Joan Carles; PROENZA, Joaquín A.; GALI, Salvador y LLOVET, Xavier. Técnicas de caracterización mineral y su aplicación en exploración y explotación minera. Bol. Soc. Geol. Mex [En línea]. 2010, vol.62, n.1 [Fecha de consulta: 17 de agosto de 2019], pp.1-23. Disponible en: http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1405-33222010000100002&lng=es&nrm=iso. ISSN 1405-3322.

M EL-DEEB, Nehal, et al. Novel Trend in Colon Cancer Therapy Using Silver Nanoparticles Synthesized by Honey Bee [En línea]. Revista Journal of J Nanomedicine & Nanotechnology. 2015, [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.longdom.org/open-access/novel-trend-in-colon-cancer-therapy-using-silver-nanoparticles-synthesized-by-honey-bee-2157-7439.1000265.pdf>

MORALES, Jorge, et al. Síntesis y caracterización de nanopartículas de plata por la ruta sol-gel a partir de nitrato de plata. Revista de la Sociedad Química del Perú, 75(2), 177-184. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2009000200004&lng=es&tlng=es. ISSN 1810-634X.

NATIONAL INSTRUMENTS. 7 Características Esenciales de LabVIEW NXG para Pruebas Automatizadas [Anónimo] [en línea]: [Fecha de consulta: 28 de abril de 2019] Disponible en: <http://www.ni.com/es-co/innovations/white-papers/18/7-essential-features-of-labview-nxg-for-automated-test.html>

NATIONAL INSTRUMENTS, Acelere la Ingeniería [en línea]: [Fecha de consulta: 28 de abril de 2019] Disponible en: <http://www.ni.com/es-co/shop/labview.html>

NATIONAL INSTRUMENTS. ¿Qué es Adquisición de Datos? [en línea] Disponible en: <https://www.ni.com/data-acquisition/what-is/esa/>

NATIONAL INSTRUMENTS. Fundamentos del Entorno de LabVIEW [En línea]. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <http://www.ni.com/getting-started/labview-basics/esa/environment#frontPanel>

NATIONAL SEMICONDUCTOR. LM35 Precision Centigrade Temperature Sensors [En línea]. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.electroschematics.com/wp-content/uploads/2010/02/LM35-DATASHEET.pdf>

ORGANIZACIÓN METEOROLÓGICA MUNDIAL. Los niveles de gases de efecto invernadero en la atmósfera alcanzan un nuevo récord.[sitio web][Consulta:12 febrero 2020] Disponible en: <https://public.wmo.int/es/media/comunicados-de-prensa/los-niveles-de-gases-de-efecto-invernadero-en-la-atm%C3%B3sfera-alcanzan-un>

ORGANIZACIÓN METEOROLÓGICA MUNDIAL. El clima mundial: entre 2015 y 2019 se ha acelerado el cambio climático. [sitio web][Consulta:12 febrero 2020] Disponible en: <https://public.wmo.int/es/media/comunicados-de-prensa/el-clima-mundial-entre-2015-y-2019-se-ha-acelerado-el-cambio-clim%C3%A1tico>

PANÁČEK, et al. Silver Colloid Nanoparticles: Synthesis, Characterization, and Their Antibacterial Activity, Revista The Journal of Physical Chemistry B, 2006, (110), 16248- 16253.

¹MALDONADO, et. al. A novel strategy for the alignment of silver nanoparticles. Vol. 23, No.1, 2014, pp. 85 – 89.

PIRAZAN MESA, Evaluación de la actividad fotocatalítica del TiO₂ sensibilizado a luz visible, en la disminución de la concentración de metano (Gas Natural). Trabajo de grado para optar como Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América 2015. [Consultado 17 mayo de 2019]. 18 p.

PEREZ. Difracción de rayos x. Universidad Politécnica de Cartagena. [En línea]. [Fecha de consulta: 17 de septiembre de 2019], p. 2. https://www.upct.es/~minaeees/difraccion_rayosx.pdf

POVEDA VARGAS. Evaluación del ciclo de vida de las películas de la mezcla TiO₂ /CuO para la inactivación fotocatalítica de la E.coli en presencia de luz visible. [en línea] : Trabajo de grado para optar como Ingeniero Químico. Fundación Universidad de América 2018. [Consultado 17 Agosto de 2019]. p. 21-31. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6962/1/6122922-2018-2-IQ.pdf>

PORTELA, Laura. Grupo de investigación de materiales fotoactivos. Universidad de América. 2016

RAMOS SERRANO, et al. Fotónica del silicio. [en línea]. En gob.mx: Revista avance y perspectiva volumen 4, número 3 [Fecha de consultada: 10 de agosto 2019] disponible en: <https://uao.libguides.com/c.php?g=529806&p=4412778>

RAMIREZ LAPAUSA, Pablo. Sistema portátil de medida de dispositivos sometidos a ensayos en campo. Proyecto de fin de carrera. Universidad Politécnica de Madrid. Madrid, 2014.

RENGIFO MARAVI, Joel Claudio. Síntesis y caracterización de nanopartículas de cobre por el proceso poliol asistido vía microondas [En línea]. Tesis para optar el título profesional de Químico. Lima – Perú. Universidad nacional mayor de san Marcos. 2016. 3-4 p. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: http://cybertesis.unmsm.edu.pe/bitstream/handle/cybertesis/6171/Rengifo_mj.pdf?sequence=2&isAllowed=y

ROJAS LEMA, Sandra Paola, et al. Mejoramiento de la absorción de nanopartículas de plata en telas de algodón, utilizando un ligante. Revista Facultad de Ingeniería. 2017, pp. 26.

ROCHA, Fábio R. P. and TEIXEIRA, Leonardo S. G.. Estratégias para aumento de sensibilidade em espectrofotometria UV-VIS. Quím. Nova [en línea]. 2004, vol.27, n.5 [Fecha de consulta 11 de agosto de 19], pp.807-812. Disponible en: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-40422004000500021&lng=en&nrm=iso. ISSN 0100-4042. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422004000500021>.

ROSALES GARCÍA, José Alain. Materiales Para Fotocatálisis Y Electro fotocatalisis. Universidad Veracruzana, Región Coatzacoalcos-Minatitlán.: 2010. p. 3

ROMO. II. el átomo de carbono, los hidrocarburos, otras moléculas orgánicas, su posible existencia en la tierra primitiva y en otros cuerpos celestes. [en línea]. [Fecha de consulta 19 de septiembre de 19]. Disponible en: http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen1/ciencia2/51/htm/sec_5.html

RUIZ DE LARRAMENDI, Idoia. Práctica 1. Influencia del tamaño de partícula en las propiedades físicas de nanopartículas de Au. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: https://ocw.ehu.eus/pluginfile.php/12717/mod_resource/content/6/Practica%2001%20-%20Nanopart%20C3%ADculas%20de%20Au_rev.pdf

RUIZ DE LARRAMENDI, Idoia. Práctica 3. Síntesis de nanopartículas de plata mediante química verde. [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: https://ocw.ehu.eus/pluginfile.php/12719/mod_resource/content/3/Practica%2003%20-%20Nanotecnolog%20C3%ADa%20y%20qu%20C3%ADmica%20verde.pdf

SAFARZADEH-AMIRI, et al. Ferrioxalate-mediated solar degradation of organic contaminants in water. Revista Solar Energy 1996. Volumen 56, p. 439-443. ISSN 0038-092X. [en línea] : [Fecha de consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: [https://doi.org/10.1016/0038-092X\(96\)00002-3](https://doi.org/10.1016/0038-092X(96)00002-3).

SÁNCHEZ MORENO, Nanopartículas de plata: preparación, caracterización y propiedades con aplicación en inocuidad de los alimentos. Trabajo de fin de máster, para optar a Máster universitario en ciencia y tecnología química, Universidad Nacional de educación a distancia (2017). p. 32-39. Disponible en : http://e-spacio.uned.es/fez/eserv/bibliuned:master-Ciencias-CyTQ-Msanchez/Sanchez_Moreno_Minerva_TFM.pdf

SANNINO, Dimitri. et al. Mathematical modelling of photocatalytic degradation of methylene blue under visible light irradiation [En línea]. Revista Journal of Environmental Chemical Engineering, Volumen 1, Issues 1–2, 2013,pp. 56-60, [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jece.2013.03.003>. (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2213343713000067>) ISSN 2213-3437

SARSOZA TAPIA, Cristian Raúl. Implementación de un prototipo para el monitoreo de las condiciones del ambiente de trabajo. Proyecto de trabajo de graduación modalidad TEMI Trabajo Estructurado de Manera Independiente, presentado previo a la obtención del título de Ingeniero Industrial en Procesos de Automatización. Universidad Técnica de Ambato. 2015.

STATHATOS E, Petrova T, Lianos P. Study of the Efficiency of Visible-Light Photocatalytic Degradation of Basic Blue Adsorbed on Pure and Doped Mesoporous Titania Films. Langmuir. 2001.

SEERY MK, George R, Floris P, Pillai SC. Silver doped titanium dioxide nanomaterials for enhanced visible light photocatalysis. J Photochem Photobiol A. 2007

SERVICIO GEOLÓGICO MEXICANO. Difracción de rayos X. <https://www.sgm.gob.mx/Web/MuseoVirtual/Minerales/Difraccion-de-rayos-X.html>

SIÑERIZ MARTÍNEZ. Aplicaciones arquitectónicas de los nanomateriales en base de titanio envolventes fotocatalíticas. p. 9 [en línea] : [Fecha de consulta: 12 de abril de 2019] Disponible en: <https://aula3tfg.files.wordpress.com/2016/02/sic3b1eriz-martc3adnez-marc3ada-tfg.pdf>

TATIANA. Microscopía electrónica: orígenes y evolución histórica. [Sitio web]; [en línea]: [Fecha de consulta: 28 de abril de 2019] Disponible en: <https://unabiologaenlacocina.files.wordpress.com/2014/06/micros-barr-microscopio-de-barrido.jpg>

UNFCCC, La NASA confirma que el pico en las emisiones de metano está relacionado con el petróleo y el gas. Artículo [en línea] 23 enero, 2018 Fecha de

consulta: 12 de abril de 2019] <https://unfccc.int/es/news/la-nasa-confirma-que-el-pico-en-las-emisiones-de-metano-esta-relacionado-con-el-petroleo-y-el-gas>

UNIVERSIDAD DE ALCALÁ. Velocidades y mecanismos de las reacciones químicas. http://www3.uah.es/edejesus/resumenes/QG/Tema_11.pdf

UNIVERSIDAD DE LOS ANDES; Microscopía de Barrido de Electrones (MEB); Técnica MEB; [Sitio web];[en línea] : [Fecha de consulta: 28 de abril de 2019] Disponible en:<https://investigaciones.uniandes.edu.co/microscopio-electronico-de-barrido-meb/>

URRUTIA, Wilmar. Variable de proceso: Nivel [Diapositivas] [En línea] [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://es.calameo.com/read/004920658a392efb67342>

VANÝSEK, Petr. Electrochemical Series. . [en línea] : [Fecha de consulta: 31 de julio de 2019] Disponible en: <http://folk.ntnu.no/andersty/2.%20Klasse/KJ1042%20Termodynamikk%20med%20lab/Lab/Oppgave%205%20-%20Standard%20reduksjonspotensial/Rapportfiler/E0.pdf>

XUXING CHEN, et al. Photocatalytic oxidation of methane over silver decorated zinc oxide nanocatalysts [En línea]. Revista Nature communications 7, 12273 (2016) doi:10.1038/ncomms12273 [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.nature.com/articles/ncomms12273?origin=ppub>

YAN WANG, et al. Selective photocatalytic carbon dioxide conversion with Pt@Ag-TiO₂ nanoparticles [En línea]. Revista Catalysis Communications, Volume 108, 2018, Pages 98-102, [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.catcom.2018.02.004>. (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1566736718300530>) ISSN 1566-7367.

YU, X., WAELE, V., LÖFBERG, A. et al. Selective photocatalytic conversion of methane into carbon monoxide over zinc-heteropolyacid-titania nanocomposites. Revista Nature Communications 10, 700 (2019) doi:10.1038/s41467-019-08525-2 [consultado 28 de octubre 2019] Disponible en: <https://www.nature.com/articles/s41467-019-08525-2>

ZURIDA, A. Z., FAIRUZ, S. S., & RISBY, M. S. Conceptual Design of Wireless DAQ System for Vehicle Blast Testing. Procedia Computer Science, 2016, 94, 502-509.

ANEXOS

ANEXO A

SENSOR DE METANO (MQ-4)

MQ-4 Semiconductor Sensor for Natural Gas

Sensitive material of MQ-4 gas sensor is SnO₂, which with lower conductivity in clean air. When the target combustible gas exist, The sensor's conductivity is more higher along with the gas concentration rising. Please use simple electrocircuit, Convert change of conductivity to correspond output signal of gas concentration.

MQ-4 gas sensor has high sensivity to Methane, also to Propane and Butane. The sensor could be used to detect different combustible gas, especially Methane, it is with low cost and suitable for different application.

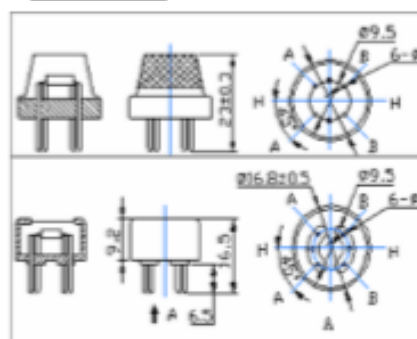
Character

- * Good sensitivity to Combustible gas in wide range
- * High sensitivity to Natural gas
- * Long life and low cost
- * Simple drive circuit

Application

- * Domestic gas leakage detector
- * Industrial Combustible gas detector
- * Portable gas detector

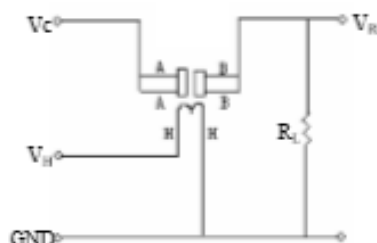
Configuration



Technical Data

Model No.		MQ-4	
Sensor Type		Semiconductor	
Standard Encapsulation		Bakelite (Black Bakelite)	
Detection Gas		Natural gas/ Methane	
Concentration		300-10000ppm (Natural gas / Methane)	
Circuit	Loop Voltage	V _c	≒24V DC
	Heater Voltage	V _H	5.0V±0.2V AC or DC
	Load Resistance	R _L	Adjustable
Character	Heater Resistance	R _H	31Ω±3Ω (Room Tem.)
	Heater consumption	P _H	≒900mW
	Sensing Resistance	R _s	2KΩ-20KΩ(In 5000ppm CH ₄)
	Sensitivity	S	R _s (In air)/R _s (5000ppm CH ₄)≒5
	Slope	α	≒0.6(R _{s2000ppm} /R _{s5000ppm} CH ₄)
Condition	Tem. Humidity	20°C±2°C; 65%±5%RH	
	Standard test circuit	V _c : 5.0V±0.1V; V _H : 5.0V±0.1V	
	Preheat time	Over 48 hours	

Basic test loop



The above is basic test circuit of the sensor. The sensor need to be put 2 voltage, heater voltage (V_H) and test voltage (V_C). V_H used to supply certified working temperature to the sensor, while V_C used to detect voltage (V_{RL}) on load resistance (R_L) whom is in series with sensor. The sensor has light polarity, V_c need DC power. V_c and V_H could use same power circuit with precondition to assure performance of sensor. In order to make the sensor with better performance, suitable R_L value is needed:
Power of Sensitivity body (P_s):

$$P_s = V_c^2 \times R_s / (R_s + R_L)^2$$

Resistance of sensor (R_s): $R_s = (V_c / V_{RL} - 1) \times R_L$

Sensitivity Characteristics

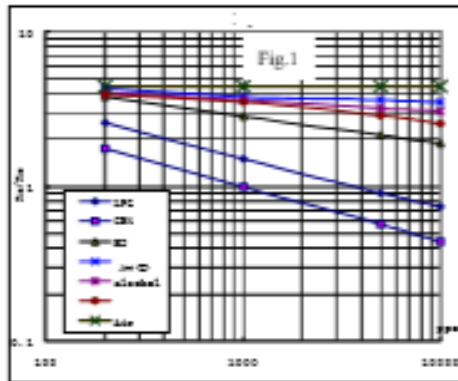


Fig.1 shows the typical sensitivity characteristics of the MQ-4, ordinate means resistance ratio of the sensor (R_s/R_0), abscissa is concentration of gases. R_s means resistance in different gases, R_0 means resistance of sensor in 1000ppm Methane. All test are under standard test conditions.

P.S.: Sensitivity to smoke is ignite 10pcs cigarettes in $8m^3$ room, and the output equals to 200ppm Methane

Influence of Temperature/Humidity

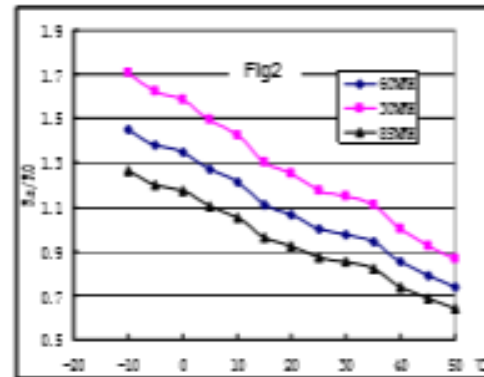
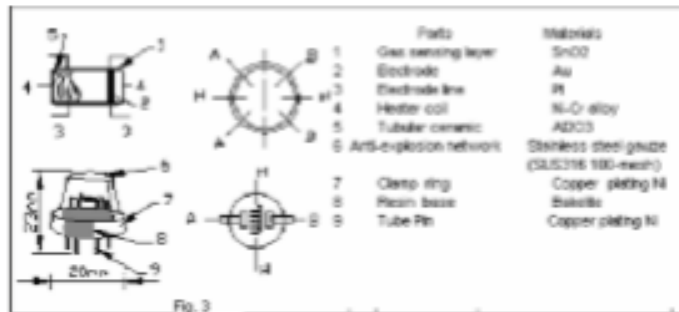


Fig.2 shows the typical temperature and humidity characteristics. Ordinate means resistance ratio of the sensor (R_s/R_0), R_s means resistance of sensor in 1000ppm Methane under different tem. and humidity. R_0 means resistance of the sensor in environment of 1000ppm Methane, 20°C/65%RH

Structure and configuration



Structure and configuration of MQ-4 gas sensor is shown as Fig. 3, sensor composed by micro AL₂O₃ ceramic tube, Tin Dioxide (SnO₂) sensitive layer, measuring electrode and heater is fixed into a crust made by plastic and stainless steel net. The heater provides necessary work conditions for work of sensitive components. The enveloped MQ-4 have 6 pin, 4 of them are used to fetch signals, and other 2 are used for providing heating current.